Manuel d'instructions
Multivapor™

93158 fr

Table des matières

1 A propos de ce manuel 6
1.1 Documents de référence 6
1.2 Marques. 6
1.3 Abréviations 7
2 Sécurité 8
2.1 Qualification des utilisateurs 8
2.2 Utilisation correcte. 8
2.3 Utilisation non adaptée 8
2.4 Avertissements utilisés dans ce manuel 9
2.5 Sécurité du produit 9
2.5.1 Risques liés à l'instrument 9
2.5.2 Autres risques 10
2.5.3 Mesures de sécurité 10
2.5.4 Dispositifs de sécurité 10
2.6 Règles de sécurité générales 11
3 Données techniques 12
3.1 Contenu de la livraison 12
3.1.1 Configurations de l'instrument 12
3.1.2 Matrice de commande 16
3.1.3 Accessoires standard 19
3.1.4 Accessoires standard, verrerie. 21
3.1.5 Accessoires optionnels 22
3.2 Matériaux utilisés 23
3.3 Vue d'ensemble des données techniques 24
3.4 Tableau des solvants 25

Lisez attentivement ce manuel d'instructions avant d'installer et de mettre votre système en oeuvre. Respectez en particulier les consignes de sécurité indiquées au chapitre 2. Conservez le manuel à proximité de l'instrument afin de pouvoir le consulter à tout moment.
Il est interdit d'effectuer des modifications techniques sur l'instrument sans accord écrit préalable de Buchi. Toute modification non autorisée peut affecter la sécurité du système ou provoquer des accidents.
Ce manuel d'instructions tombe sous la loi du copyright. Les informations qu'il contient n'ont pas le droit d'être reproduites, distribuées ou utilisées à des fins commerciales, ni d'être rendues accessibles à des tiers. Il est également proscrit de fabriquer tout composant à l'aide de ce manuel sans accord écrit préalable.
Si vous avez besoin d'une autre version linguistique de ce manuel, vous pouvez consulter les versions téléchargeables à partir du site www.buchi.com.

4 Description fonctionnelle 26
4.1 Principe de fonctionnement du Multivapor 26
4.1.1 Principe de fonctionnement de la version autonome 26
4.1.2 Principe de fonctionnement du Multivapor-Rotavapor 27
4.1.3 Eléments de commande du Multivapor (version autonome) 28
4.1.4 Affichage du Multivapor 28
4.1.5 Raccords arrière du Multivapor 29
4.2 Plateforme Multivapor 29
4.3 Crystal rack 30
4.4 Rack préparateur d'échantillons 30
4.5 Bouche-trous (en option) 31
4.6 Frittés PE (en option) 31
4.7 Ressort d'adaptateur (en option) 31
4.8 Plaque de transfert d'échantillons 32
4.9 Prise de vide 32
4.10 Ecran de protection 33
4.11 Condensation (en option) 33
4.12 Solvants à haut point d'ébullition – bouteille de Woulff (en option) 34
4.13 Solution de vide (en option) 34
4.14 Raccordement à un évaporateur rotatif (en option) 35
4.15 Serpentin de refroidissement (en option) 35
5 Mise en service 36
5.1 Lieu d'installation 36
5.2 Branchement électrique 36
5.3 Mise en place de l'instrument de base Multivapor 37
5.3.1 Mise en place du crystal rack 37
5.3.2 Mise en place de la bouteille de Woulff (en option) 37
5.3.3 Calage antiséisme 37
5.4 Assemblage en verre 38
5.4.1 Réfrigérant de type S et de type C 38
5.4.2 Assemblage réfrigérant avec serpentin de refroidissement (en option) 38
5.5 Connexions tubulaires 39
5.5.1 Eau de refroidissement 39
5.5.2 Tuyaux de vide 40
5.6 Mise en place de la configuration Multivapor-Rotavapor 41
5.7 Contrôle de fonctionnement 41
5.7.1 Test d'étanchéité 41

6 Fonctionnement 43
6.1 Paramétrage de la plateforme Multivapor 43
6.1.1 Sélection d'une température préréglée 43
6.1.2 Changement/désactivation de la température préréglée 44
6.1.3 Réglage de la vitesse de rotation 44
6.2 Préparation d'échantillons 44
6.2.1 Mise en température de l'instrument 44
6.2.2 Préparation d'échantillons 45
6.3 Sélection des conditions de distillation 46
6.4 Distillation 47
6.5 Optimisation des conditions de vide (en option) 48
6.5.1 Régulation manuelle du vide et bibliothèque de solvants (V-850/V-855) 48
6.5.2 Gradients de pression (V-855) 49
6.5.3 Distillation automatique (V-801/V-855) 50
6.6 Optimisation des conditions de distillation 50
6.7 Quand la distillation est sur le point de s'arrêter 51
6.8 A la fin d'un cycle 51
7 Entretien 52
7.1 Boîtier 52
7.2 Raccords de tuyaux et rodages 52
7.3 Système d'étanchéité 52
7.3.1 Nettoyage des joints 52
7.3.2 Remplacement des joints d'adaptateur de tube 53
7.3.3 Remplacement des joints toriques des adaptateurs coniques 53
7.3.4 Nettoyage de la prise de vide et remplacement des joints toriques associés 54
7.4 Crystal rack 54
7.5 Parties en verre 55
7.6 Frittés PE (en option) 55
8 Dépannage 56
8.1 Dysfonctionnements et solutions 56
8.2 Service après-vente 57
9 Mise hors service, stockage, transport et élimination 58
9.1 Stockage et transport 58
9.2 Elimination 58
9.3 Formulaire de déclaration d'observation de consignes relatives à la santé et à la sécurité 59
10 Pièces de rechange 60
10.1 Instrument de base 60
10.2 Unité d'évaporation 61
10.3 Jeux d'adaptateurs 63
10.4 Assemblages réfrigérant 64
10.5 Kit bouteille de Woulff 65
10.6 Différentes pièces en verre 65
10.7 Divers 67
11 Déclarations et prescriptions 69
11.1 Prescriptions FCC (Etats-Unis et Canada) 69
11.2 Déclaration de conformité 70

1 A propos de ce manuel

Ce manuel décrit les modèles Multivapor P-6 et P-12. Il fournit toutes les informations nécessaires sur la sécurité de fonctionnement et le maintien d'un bon état de fonctionnement.
Il s'adresse en particulier aux opérateurs et au personnel du laboratoire.

REMARQUE
Les symboles de sécurité (AVERTISSEMENT et ATTENTION) sont expliqués au chapitre 2.

1.1 Documents de référence

Pour plus d'informations sur le Rotavapor, le régulateur de vide et la pompe à vide, veuillez vous référer aux manuels correspondants disponibles en anglais, allemand, français, espagnol et italien:

- Rotavapor R-210/215, manuel d'instructions, références 93076–93080
- Régulateur de vide, manuel d'instructions, références 93081–93085
- Pompe à vide, manuel d'instructions, références 93090–93094

1.2 Marques

Les noms de produits suivants et toutes marques déposées ou non mentionnés dans ce manuel sont seulement utilisés à des fins d'identification et restent la propriété exclusive des détenteurs respectifs:

- ASE® est une marque déposée de Dionex Corporation
- Kalrez® est une marque déposée de DuPont
- Multivapor™ est une marque de Büchi Labortechnik AG
- Rotavapor® est une marque déposée de Büchi Labortechnik AG
- Teflon® est une marque déposée de DuPont
- Viton® est une marque déposée de DuPont

1.3 Abréviations

Produits chimiques:

EPDM: Ethylène Propylène Diène Monomère
FKM: Caoutchouc fluoré
FFKM: Caoutchouc fluoré
PBT: Polybutylène téréphtalate
PTFE: Polytétrafluoréthylène (Teflon)
PEEK: Polyéther éther cétone
PE: Polyéthylène
PUT: *Polyuréthane*
FEP: Combinaison tétrafluoroéthylène – hexafluoropropylène
PETP: Polyéthyltérephthalate
PFA: Perfluoroalkoxy

Divers:

rpm: Rotations par minute
P+G: PLASTIC+GLAS (plastique+verre) est une couche de protection unique en son genre pour les pièces en verre. Ce revêtement assure une plus haute résistance aux ruptures mécaniques et améliore la protection contre les bris de verre en évitant la perte d'un échantillon en cas d'endommagement du ballon récepteur.

2 Sécurité

Ce chapitre traite du concept de sécurité du Multivapor et renferme des règles générales de conduite ainsi que des informations relatives aux risques liés à l'utilisation du produit.
La sécurité des opérateurs et du personnel est seulement assurée si ces instructions de sécurité et les avertissements de sécurité figurant dans les différents chapitres sont rigoureusement observés et suivis. Le manuel doit de ce fait toujours se trouver à la disposition de toutes les personnes effectuant les tâches décrites ci-après.

2.1 Qualification des utilisateurs

L'utilisation de l'instrument est réservée au personnel de laboratoire ou à des personnes qui, sur la base de leur expérience professionnelle ou d'une formation, sont conscientes des risques pouvant se présenter lors de la mise en oeuvre de l'équipement.
Le personnel sans formation ou des personnes en cours de formation doivent être bien encadrés. Ce manuel d'instructions sert de base à la formation.

2.2 Utilisation correcte

L'instrument et ses composants ont été construits exclusivement pour le laboratoire. Il s'utilise pour une évaporation parallèle de plusieurs échantillons par chauffage sous vide, avec ou sans régulateur de vide. Le vide est habituellement généré par une pompe à vide à membrane PTFE.
Alternativement, l'instrument peut s'utiliser en combinaison avec un évaporateur rotatif. Dans ce cas, le Multivapor fait office d'accessoire et est raccordé via une interface au réfrigérant du Rotavapor.

2.3 Utilisation non adaptée

Toute application non mentionnée ci-dessus est considérée comme non conforme. Tout comme le sont les applications différant des caractéristiques techniques indiquées. L'opérateur endosse exclusivement la responsabilité pour tous dommages provoqués par une utilisation non adaptée.

Les applications suivantes sont expressément interdites:

- Utilisation de l'instrument dans des pièces exigeant des équipements antidéflagrants.
- Utilisation de l'instrument comme outil d'étalonnage d'autres instruments.
- Préparation d'échantillons pouvant exploser ou s'enflammer sous l'effet d'un choc, de frottements, de la chaleur ou d'une formation d'étincelles.
- Utilisation de l'instrument dans des conditions de haute pression.
- Traitement de matières dures, cassantes et abrasives (par ex. pierres, fragments, échantillons de sol) pouvant entraîner l'endommagement des tubes échantillons.
- Utilisation de l'instrument pour des minéralisations (par ex. Kjeldahl).

2.4 Avertissements utilisés dans ce manuel

AVERTISSEMENT
Par principe le signe d'avertissement triangulaire indique des risques de blessures, voire un danger de mort en cas de non-respect des instructions.

AVERTISSEMENT
Surface brûlante.

AVERTISSEMENT
Danger électrique.

AVERTISSEMENT
Risque biologique.

ATTENTION
Symbolisé par le pictogramme "A lire", ATTENTION indique un risque d'endommagement, de dysfonctionnement ou d'erreur de traitement en cas de non-respect des instructions.

REMARQUE
Conseils utiles optimisant l'utilisation de l'instrument.

2.5 Sécurité du produit

Bien que le Multivapor présente une conception et une fabrication conformes à l'état de l'art, son utilisation peut faire courir des risques de dommages corporels, matériels et environnementaux si elle est incorrecte ou s'effectue sans précautions.

Le fabricant a identifié des risques résiduels que l'instrument peut présenter

- s'il est utilisé par un personnel sans formation appropriée
- s'il n'est pas utilisé conformément au domaine d'application prescrit

Ce manuel contient des avertissements qui rendent l'utilisateur attentif à ces risques résiduels.

2.5.1 Risques liés à l'instrument

Observez les consignes de sécurité suivantes:

AVERTISSEMENT
Surfaces susceptibles de devenir brûlantes durant le fonctionnement, spécialement au niveau de la plaque chauffante (jusqu'à 95 °C).

- *Faire toujours attention aux risques de brûlure.*

AVERTISSEMENT
Risque d'implosion en cas d'utilisation de verrerie endommagée.

Risque de décharge électrostatique quand le Multivapor est utilisé pour sécher des poudres.

- *Faire attention à l'éclatement de pièces en verre.*
- *Faire attention au risque d'incendie.*

AVERTISSEMENT

Risque d'explosion en cas d'accumulation de vapeurs de solvant à l'intérieur du boîtier de l'instrument.

Risque de décharge électrostatique quand le Multivapor est utilisé pour sécher des poudres.

- *Utiliser toujours l'instrument dans une zone bien ventilée.*
- *Faire attention aux éléments en verre endommagés ou fissurés.*
- *Faire attention au risque d'incendie.*

2.5.2 Autres risques

AVERTISSEMENT

Certains solvants à l'intérieur ou à proximité du Multivapor peuvent former des péroxydes ou sont hautement inflammables.

- Garder à l'esprit les risques d'explosion en cas de traitement de substances dangereuses ou dont la composition n'est pas connue.
- Utiliser toujours l'instrument dans une zone ventilée de façon adéquate.

2.5.3 Mesures de sécurité

Porter toujours des équipements de protection individuelle, tels que des lunettes, vêtements et gants adéquats lorsqu'on travaille avec l'instrument.

2.5.4 Dispositifs de sécurité

Electronique

- La plaque chauffante est équipée d'une protection électronique contre les surtempératures. Elle contrôle la limite de température (la température courante de la plaque chauffante ne doit pas dépasser de plus de 2 °C la température réglée pendant plus de 2 minutes) et le fonctionnement du capteur de température.
- La plaque chauffante est munie de fusibles.

Pièces en contact direct avec l'instrument

- Combi clip pour fixer le raccord de vide.
- Attache pour assemblage sphérique rodé permettant une fixation sûre du ballon récepteur.
- Tiges et supports pour fixer les assemblages réfrigérant.

Verre

- Utilisation de verre de borosilicate 3.3 inerte de haute qualité.
- Utilisation d'attaches de tuyau GL-14 pour prévenir des bris de verre.
- PLASTIC+GLAS (P+G) est une couche de protection unique en son genre pour les parties en verre. Ce revêtement améliore la résistance à l'endommagement et la protection contre les bris de verre. Il évite aussi les projections de solvant dans le ballon récepteur si ce dernier est endommagé. Toutes les pièces de verre de l'assemblage réfrigérant sont revêtues d'une couche P+G.

Calage antiséisme

- L'instrument est équipé d'une fixation adaptée aux séismes.

En option

- L'écran de protection (accessoire optionnel) protège les opérateurs contre les bris de verre, projections de solvant, l'eau chaude, des explosions ou implosions.

2.6 Règles de sécurité générales

Responsabilité de l'opérateur

Le directeur du laboratoire est responsable de la formation du personnel.
L'opérateur est tenu d'informer le fabricant immédiatement si des incidents affectant la sécurité se produisent durant le fonctionnement de l'instrument. Il est impératif de suivre strictement les dispositions légales, telles que celles applicables à l'échelle locale, nationale ou fédérale.

Maintenance et entretien

L'opérateur doit veiller à ce que l'instrument soit toujours utilisé correctement et à ce que l'entretien, les inspections et les remises en état soient assurés avec soin selon le calendrier défini et seulement par le personnel autorisé.

Pièces de rechange à utiliser

Utiliser seulement des consommables et pièces de rechange recommandés pour que le fonctionnement de l'instrument reste optimal et fiable. Toute modification de pièces de rechange nécessite l'accord écrit préalable du fabricant.

Modifications

Il est seulement permis de modifier l'instrument après une concertation avec le fabricant et l'obtention de son accord écrit. Les éventuelles modifications et mises à niveau sont réservées aux techniciens agréés de Buchi. Le fabricant se réserve le droit de décliner toute responsabilité en cas de réclamations liées à l'exécution de modifications non autorisées.

3 Données techniques

Ce chapitre informe sur les spécifications du Multivapor et de ses principales composantes. Il renseigne sur les données techniques, exigences et performances.

3.1 Contenu de la livraison

Vérifier la composition de la fourniture au moyen du numéro de commande.

REMARQUE

Pour plus d'informations sur les produits listés, consulter le site Internet www.buchi.com ou contacter le revendeur local.

3.1.1 Configurations de l'instrument

Le Multivapor est un système d'évaporation parallèle compact, à 6 ou 12 positions, qui se décline en Multivapor P-6 et Multivapor P-12. Les deux configurations se combinent avec différents accessoires, des réfrigérants, pompes/régulateurs et une interface pour évaporateur par rotation.

Multivapor Basic

Plateforme Multivapor avec crystal rack, prise de vide, jeu d'adaptateurs, rack de préparation d'échantillons et de transfert, réfrigérant à revêtement P+G et ballon récepteur.

Tableau 3-1: Eléments de la configuration Basic

Produit	N. de cde
Plateforme Multivapor	
220 – 240 V	-
100 – 120 V	-
Crystal rack	
P-6	49771
P-12	49614
Prise de vide	
P-6	49773
P-12	49615
Adaptateurs de tube	
Buchi standard P-6 (6 pièces)	49761
Buchi standard P-12 (12 pièces)	48870
Verrerie	
Récipient Buchi standard P-6 (6 pièces)	49774
Récipient Buchi standard P-12 (25 pièces)	49662
Rack de transfert	
P-6	49251
P-12	49250
Rack préparateur d'échantillons	
P-6	49783
P-12	49755
Assemblage réfrigérant, à revêtement P+G	
Type S, 1 l	48889
Type S, 2 l	48890
Type C, 1 l	48887
Type C, 2 l	48888

Multivapor EasyVac

En plus de la configuration Basic, il comprend la pompe à vide V-700, le régulateur de vide V-801 et une bouteille de Woulff.

Tableau 3-2: Eléments de la configuration EasyVac

Produit	N. de cde
Multivapor P-6/P-12 Basic	-
V-700/801 avec bouteille de Woulff	71410

Multivapor Professional

La différence entre EasyVac et la configuration Professional réside dans le fait que cette dernière renferme un réfrigérant secondaire pour la pompe à vide et le régulateur de vide V-855.

Tableau 3-3: Eléments de la configuration Professional

Produit	N. de cde
Multivapor P-6/P-12 Basic	-
V-700/855, bouteille de Woulff et réfrigérant secondaire (suivant le type de réfrigérant primaire).	71311 ou 71312

Multivapor Rotavapor

Contrairement aux configurations autonomes décrites plus haut, celle-ci est connectée à un évaporateur rotatif déjà installé. La fourniture comprend ainsi un kit Rotavapor en vue d'une combinaison avec le réfrigérant de l'évaporateur rotatif.

Tableau 3-4: Eléments de la configuration Rotavapor

Produit	N. de cde
Plateforme Multivapor	
220 – 240 V	-
100 – 120 V	-
Crystal rack	
P-6	49771
P-12	49614
Prise de vide	
P-6	49773
P-12	49615
Adaptateurs de tube	
Buchi standard P-6 (6 pièces)	49761
Buchi standard P-12 (12 pièces)	48870
Verrerie	
Récipient Buchi standard P-6 (6 pièces)	49774
Récipient Buchi standard P-12 (25 pièces)	49662
Rack de transfert	
P-6	49250
P-12	49251
Rack préparateur d'échantillons	
P-6	49783
P-12	49755
Jeu d'adaptateurs Rotavapor	48740

REMARQUE

Le Rotavapor ne fait pas partie de la configuration Rotavapor

3.1.2 Matrice de commande

Cette section énumère les éléments disponibles au moyen de la matrice de commande.

REMARQUE

PETP est la matière plastique standard. Quand les conditions sont très difficiles et exigent une plus haute résistance, par exemple en cas de traitement d'acide trifluoroacétique, on peut obtenir du PEEK. Dans ce cas, configurer le système sans évaporateur et sans adaptateurs de tube (position "00" dans la matrice de l'unité d'évaporation) et commander les articles séparément comme accessoires.

Numéro de commande:

MP		x	x	x	x	x	x	x

Nombre de positions d'échantillon
Produit
1: Multivapor P-12
2: Multivapor P-6

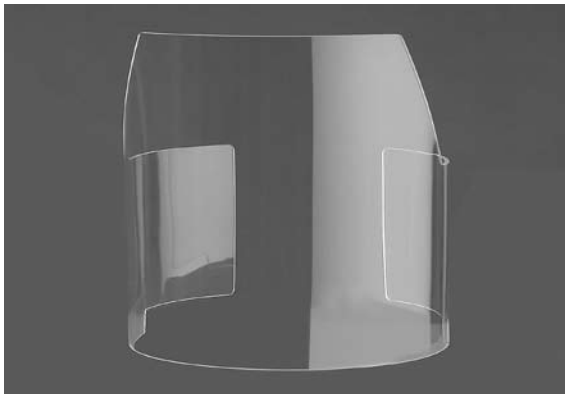
Numéro de commande:

MP	x		x	x	x	x	x	x

Tension
Produit
1: 220 – 240 V
2: 100 – 120 V

Numéro de commande:

MP	x	x	1	x	x	x	x	x

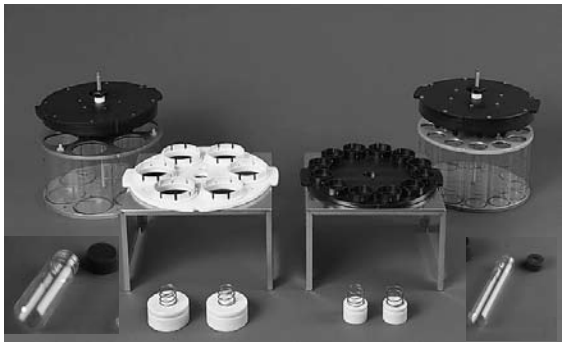


Ecran de protection

Produit	N. de cde
Ecran de protection P-6, P-12	48784

Numéro de commande:

MP	x	x	x			x	x	x



Unité d'évaporation, adaptateur de tube, verrerie

Produit
01: Configuration avec unité d'évaporation (par ex. crystal rack et prise de vide), jeu d'adaptateurs pour tubes Buchi standard, rack de préparation/transfert, kit de tubes échantillon Buchi standard (∅ 60 mm pour P-6, ∅ 25 mm pour P-12).
99: Configuration avec unité d'évaporation mais sans adaptateurs de tube ni verrerie. Les adaptateurs correspondants doivent être commandés séparément suivant le guide des adaptateurs Multivapor.
00: Configuration sans unité d'évaporation, sans rack de préparation/transfert et sans adaptateurs ou verrerie. Cette configuration est recommandée en cas d'utilisation d'un système PEEK à la place d'un système PETP. Les éléments correspondants doivent être commandés séparément, comme accessoires (et non par le biais de la matrice de commande).

Numéro de commande:

MP	x	x	x	x	x			x

Assemblage réfrigérant, à revêtement P+G

Produit	N. de cde
Réfrigérant type S pour eau de robinet ou refroidisseur à circulation.	
S1: Réfrigérant avec ballon récepteur 1 l	48889
S2: Réfrigérant avec ballon récepteur 2 l	48890
Réfrigérant de type C (piège à froid) pour refroidissement à carboglace	
C1: Piège à froid avec ballon récepteur 1 l	48887
C2: Piège à froid avec ballon récepteur 2 l	48888
R0: Jeu d'adaptateurs Rotavapor	48740

Numéro de commande:

MP	x	x	x	x	x	x	x	

Système de vide	
Produit	N. de cde
Les deux assemblages de vide comprennent une bouteille de Woulff qui récupère les particules et les gouttes avant l'entrée du vide.	
1: V-700, V-801	71410
2: V-700, V-855 avec réfrigérant secondaire selon le type de réfrigérant primaire	71311 ou 71312

3.1.3 Accessoires standard

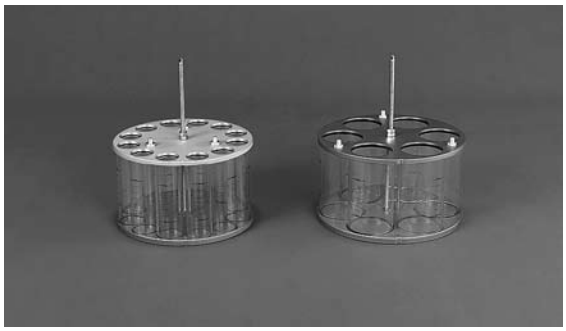
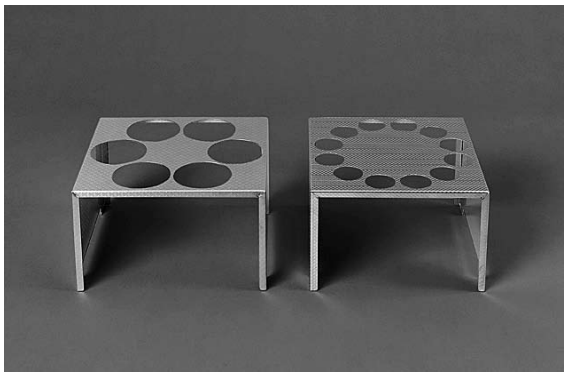


Tableau 3-5: Accessoires standard	
Produit	N. de cde
Crystal rack P-6	49771
Crystal rack P-12	49614
Prise de vide P-6, PETP*	49773
Prise de vide P-6, PEEK**	49710
Prise de vide P-12, PETP*	49615
Prise de vide P-12, PEEK**	48845
*équipée de joints toriques EPDM (FKM joint)	
**équipée de joints toriques FFKM	



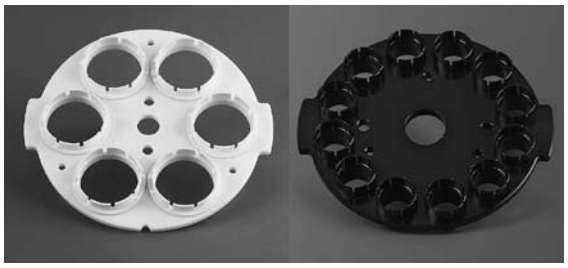


Tableau 3-5: Accessoires standard (suite)

Produit	N. de cde
Rack préparateur d'échantillons P-6	49783
Rack préparateur d'échantillons P-12	49755
Plaque de transfert P-6	49251
Plaque de transfert P-12	49250
Livret d'application	48858
Instructions d'installation/d'emploi	93163
Tableau des solvants	48719
CD Solution d'évaporation	92202
Multivapor IQ/OQ, anglais	48822
Manuel d'instructions:	
Anglais	93156
Allemand	93157
Français	93158
Italien	93159
Espagnol	93160

3.1.4 Accessoires standard, verrerie

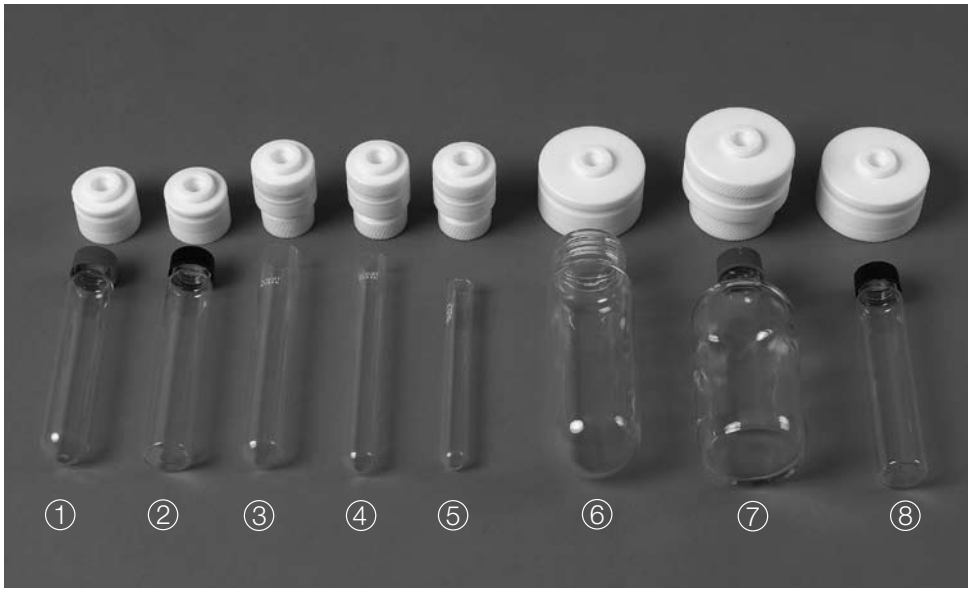


Fig. 3.1: Vue d'ensemble de la verrerie Buchi disponible et des adaptateurs correspondants

	Tubes échantillons Buchi disponibles		Jeu d'adaptateurs (12)** PETP	PEEK	Joints**
P-12	① Tube Buchi P-12, 60 ml (25 pcs)	49662	48870	48885	48853 (12)
	② Tube ASE/PSE, 60 ml (72 pcs)	49535	48870	48885	48853 (12)
	③ Tube test Ø 25 mm (50 pcs)	38469	48873	*	49733 (12)
	④ Tube test Ø 20 mm (100 pcs)	42845	48778	*	48779 (12)
	⑤ Tube test Ø 16 mm (100 pcs)	38543	48770	*	48773 (12)
P-6	⑥ Tube Buchi P-6, 220 ml (6 pcs)	49774	49761	49779	49764 (6)
	⑦ Tube ASE/PSE, 240 ml (10 pcs)	52672	49716	*	48853 (12)
	⑧ Tube ASE/PSE, 60 ml (72 pcs)	49535	49692	*	48853 (12)

*disponible sur demande **le nombre d'articles inclus dans le jeu est indiqué entre parenthèses

3.1.5 Accessoires optionnels

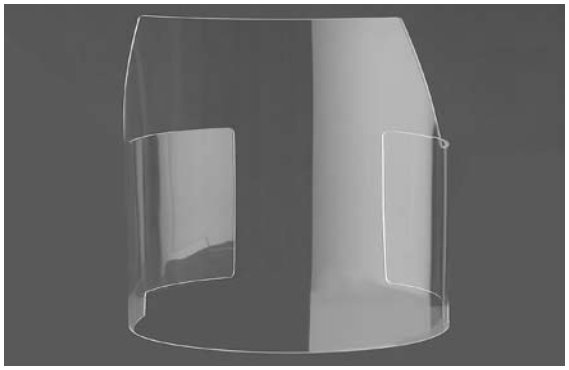


Tableau 3-6: Accessoires optionnels

Produit	N. de cde
Ecran de protection P-6, P-12	48784
Jeu de 60 frittés PE P-6/P-12	44856
Bouche-trous	
P-6, PETP, 6 pièces	49729
P-6, PEEK, 6 pièces	49730
P-12, PETP, 12 pièces	48791
P-12, PEEK, 12 pièces	48796
Kit bouteille de Woulff (avec bouteille de Woulff, support pour l'installation sur la plateforme et prise de vide additionnelle)	48857
Refroidisseur à circulation B-740/8, 220 – 240 V (800 W)	37740
Refroidisseur à circulation B-741, 100 – 120 V (500 W)	46772
Refroidisseur à circulation B-741, 220 – 240 V (500 W)	46770

3.2 Matériaux utilisés

Tableau 3-7: Matériaux utilisés

Composant	Description
Boîtier Multivapor	Mousse PUT
Plaque chauffante	Aluminium, anodisé
Plaque chauffante à anneau de protection	EPDM
Crystal rack	Aluminium, verre de borosilicate
Adaptateurs de tubes standard	PETP
Adaptateurs de tube PEEK	PEEK
Joints pour adaptateurs de tube	Teflon®
Prise de vide standard	PETP
Prise de vide alternative	PEEK
Joint de prise de vide	EPDM
Joint torique pour adaptateur de prise de vide	EPDM et FKM (Viton® analogue) ou FFKM (Kalrez® analogue) (en option)
Tuyau de vide	PFA nervuré avec joints Teflon®
Ecran de protection	Polycarbonate

Tableau 3-8: Domaine d'application pour les joints toriques des adaptateurs coniques

	FKM, vert (Viton)	EPDM, noir	FFKM (Kalrez)
Acide hydrochlorique	++	++	++
Ammoniac	-	++	++
Acide acétique, concentré	+	++	++
Acétone	-, détruit	++, pas de changement	++
Acétate d'éthyle	-, gonflé	-, gonflé	++
Ether	-, gonflé	-, gonflé	++
Dioxanne	-	+	++
Chloroforme	+, légèrement gonflé	-, gonflé	++
Dichlorométhane	++	-	++
Toluène	+	-	++
Diméthylformamide	-	+	++
Hexane	++	-	++

++ = résistant
+ = à résistance conditionnelle
- = non résistant

REMARQUE

Le tableau 3-8 se réfère à la résistance chimique des matières solides dans les liquides. La résistance aux vapeurs correspondantes est nettement meilleure.

La prise de vide PETP est équipée de joints toriques EPDM. Un jeu de 12 joints toriques FKM (Viton) est fourni. Alternativement, il existe des joints toriques FFKM (Kalrez) de très haute résistance. Dans la version standard, la prise de vide PEEK est équipée de joints toriques FFKM (Kalrez).

3.3 Vue d'ensemble des données techniques

Tableau 3-9: Données techniques	
Dimensions (L x H x P)	270 x 400 x 400 mm
Poids	P-6: 22 kg, P-12: 21 kg
Tension d'alimentation	100 – 120 ou 220 – 240 VAC ± 10 %
Fusible	T 3.1 A L 250 V (220 – 240 V) T 6.3 A L 250 V (100 – 120 V)
Puissance consommée	max. 800 W
Connexion secteur	3 pôles (P, N, E) via câble réseau
Fréquence	50/60 Hz
Catégorie de surtension	II
Degré de protection	IP21
Niveau de pollution	2
Plage de vitesse de rotation	P-6: 0 – 370 rpm, P-12: 0 – 485 rpm
Plage de régulation de température	20 – 95 C
Précision de la température	± 3 °C (instrument calibré à 20 °C)
Affichage	Température réglée et réelle
Taille max. du tube échantillon	P-6: OD 16 – 60 mm, L = 110 – 150 mm; P-12: DE 15 – 30 mm, L = 15 – 150 mm
Contenance du tube échantillon	P-6: 160 ml, P-12: 30 ml
Conditions ambiantes Température Altitude Humidité	Uniquement utilisable dans les locaux intérieurs 5 – 40 °C jusqu'à 2000 m Humidité relative maximum 80 % pour des températures jusqu'à 31 °C, décroissement linéaire jusqu'à 50 % à 40 °C
Résistance à la température, P+G	-70 °C – 60 °C env.
Résistance aux basses températures, P+G	-80 °C – 50 °C
Résistance à la température, écran de protection	< 160 °C

3.4 Tableau des solvants

Tableau 3-10: Tableau des solvants

Solvant	Formule	Masse moléculaire en g/mol	Energie d'évaporation en J/g	Point d'ébullition à 1013 mbars	Densité en g/cm^3	Vide en mbar pour un point d'ébullition à 40 °C
Acétone	C_3H_6O	58.1	553	56	0.790	556
n-amylalcool, *n*-pentanol	$C_5H_{12}O$	88.1	595	37	0.814	11
Benzène	C_6H_6	78.1	548	80	0.877	236
n-butanol, *tert*-butanol	$C_4H_{10}O$	74.1	620	118	0.810	25
Méthyle-2-propanol 2	$C_4H_{10}O$	74.1	590	82	0.789	130
Chlorure de benzène	C_6H_5Cl	112.6	377	132	1.106	36
Chloroforme	$CHCl_3$	119.4	264	62	1.483	474
Cyclohexane	C_6H_{12}	84.0	389	81	0.779	235
Ether diéthylique	$C_4H_{10}O$	74.0	389	35	0.714	atmosphérique
1,2-dichloréthane	$C_2H_4Cl_2$	99.0	335	84	1.235	210
1,2-dichloréthylène (*cis*)	$C_2H_2Cl_2$	97.0	322	60	1.284	479
1,2-dichloréthylène (*trans*)	$C_2H_2Cl_2$	97.0	314	48	1.257	751
Ether diisopropylique	$C_6H_{14}O$	102.0	318	68	0.724	375
Dioxanne	$C_4H_8O_2$	88.1	406	101	1.034	107
DMF (diméthylformamide)	C_3H_7NO	73.1		153	0.949	11
Acide acétique	$C_2H_4O_2$	60.0	695	118	1.049	44
Ethanol	C_2H_6O	46.0	879	79	0.789	175
Acétate d'éthyle	$C_4H_8O_2$	88.1	394	77	0.900	240
Heptane	C_7H_{16}	100.2	373	98	0.684	120
Hexane	C_6H_{14}	86.2	368	69	0.660	335
Alcool isopropylique	C_3H_8O	60.1	699	82	0.786	137
Alcool isoamylique-3-méthyle-1-butanol	$C_5H_{12}O$	88.1	595	129	0.809	14
Méthyle éthyle cétone	C_4H_8O	72.1	473	80	0.805	243
Méthanol	CH_4O	32.0	1227	65	0.791	337
Chlorure de méthylène, dichlorométhane	CH_2Cl_2	84.9	373	40	1.327	atmosphérique
Pentane	C_5H_{12}	72.1	381	36	06.26	atmosphérique
N-propanol	C_3H_8O	60.1	787	97	0.804	67
Pentachloréthane	C_2HCl_5	202.3	201	162	1.680	13
1,1,2,2-tétrachloréthane	$C_2H_2Cl_4$	167.9	247	146	1.595	35
Tétrachlorocarbone	CCl_4	153.8	226	77	1.594	271
1,1,1-trichloréthane	$C_2H_3Cl_3$	133.4	251	74	1.339	300
Tétrachloréthylène	C_2Cl_4	165.8	234	121	1.623	53
THF (tétrahydrofurane)	C_4H_8O	72.1		67	0.889	357
Toluène	C_7H_8	92.2	427	111	0.867	77
Trichloréthylène	C_2HCl_3	131.3	264	87	1.464	183
Eau	H_2O	18.0	2261	100	1.000	72
Xylène (mélange)	C_8H_{10}	106.2	389			25
o-xylène	C_8H_{10}	106.2		144	0.880	
m-xylène	C_8H_{10}	106.2		139	0.864	
p-xylène	C_8H_{10}	106.2		138	0.861	

4 Description fonctionnelle

Ce chapitre livre une description des principes de base des modèles Multivapor P-6/P-12 et du fonctionnement des assemblages.

4.1 Principe de fonctionnement du Multivapor

Le Multivapor est un évaporateur parallèle à 6 ou 12 positions qui assure l'évaporation simultanée de 6 x 150 ml ou 12 x 30 ml d'échantillon. Il se décline en Multivapor P-6 et Multivapor P-12. La base de cette procédure est l'évaporation de solvant et la condensation sous vide avec un mouvement orbital horizontal pour générer un tourbillon vortex dans chaque tube échantillon. La distillation s'effectue en général sous vide pour accroître la performance et réduire la température d'ébullition en vue de prévenir une décomposition de l'échantillon.
Le Multivapor est disponible comme unité autonome ou en combinaison avec un évaporateur rotatif. Le Multivapor et le Rotavapor partagent alors le réfrigérant et l'assemblage de vide, ce qui représente une solution judicieuse. Les deux configurations Multivapor P-6 et Multivapor P-12 ne sont pas interchangeables. En effet, le mouvement orbital de la plateforme diffère pour garantir un traitement sûr, sans heurts.

ATTENTION
Les configurations Multivapor P-6 et P-12 ne sont pas interchangeables. Il convient donc de ne pas placer un crystal rack P-6 sur une plateforme P-12. La vitesse du mouvement orbital n'est pas adaptée à la géométrie et à la masse du rack P-6.

4.1.1 Principe de fonctionnement de la version autonome

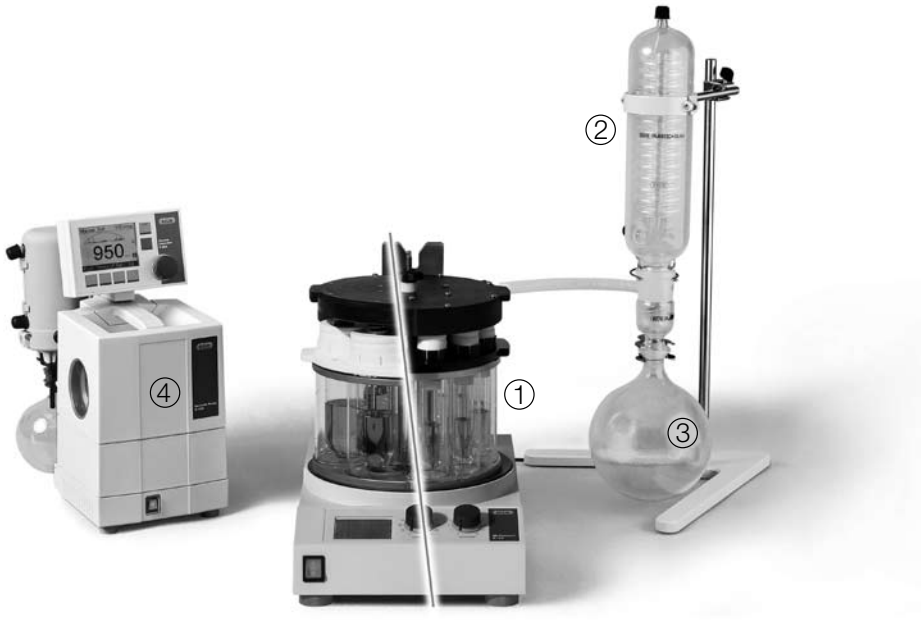


Fig. 4.1: Vue d'ensemble de la version autonome. Les deux configurations Multivapor – Multivapor P-6 et Multivapor P-12 – sont représentées sur la même figure (barre de fractionnement).

① Zone d'évaporation

Le solvant est porté à une certaine température à l'aide d'une plaque chauffante. Son mouvement horizontal orbital génère un puissant tourbillon du mélange à l'intérieur des tubes test. La surface du solvant augmente ainsi, ce qui se traduit par une plus grande puissance d'évaporation et une réduction du retard à l'ébullition.

② Zone de refroidissement

Chaque échantillon est individuellement raccordé à la prise de raccord avec des adaptateurs de verrerie spécifiques. La vapeur est recueillie puis transférée au condenseur via un tube de vide PFA nervuré. Dans le réfrigérant, la chaleur requise pour faire passer le solvant de la phase liquide à la phase gazeuse est transférée au réfrigérant. A cet effet on utilise l'eau, la carboglace dans l'acétone ou tout réfrigérant adapté à un refroidisseur à circulation.

③ Ballon récepteur

La vapeur condensée est collectée dans le ballon récepteur. Il est recommandé de vider le ballon à la fin de chaque cycle. Pour l'évaporation de mélanges de solvant ou à de basses températures, un serpentin de refroidissement optionnel est recommandé pour prévenir la réévaporation du condensat. Ceci réduit la durée d'évaporation et évite une interruption entre les cycles.

④ Vide

Le débit d'évaporation dépend de la pression, de la température du solvant, du réfrigérant et du tourbillon. Pour évaporer le solvant à une température et une vitesse de rotation données, il faut réduire la pression avec une pompe à vide. Un régulateur de vide régule la pompe par réduction continue du vide jusqu'à ce que la valeur de consigne soit atteinte. Cette tâche s'effectue en mode manuel ou automatique.

4.1.2 Principe de fonctionnement du Multivapor-Rotavapor

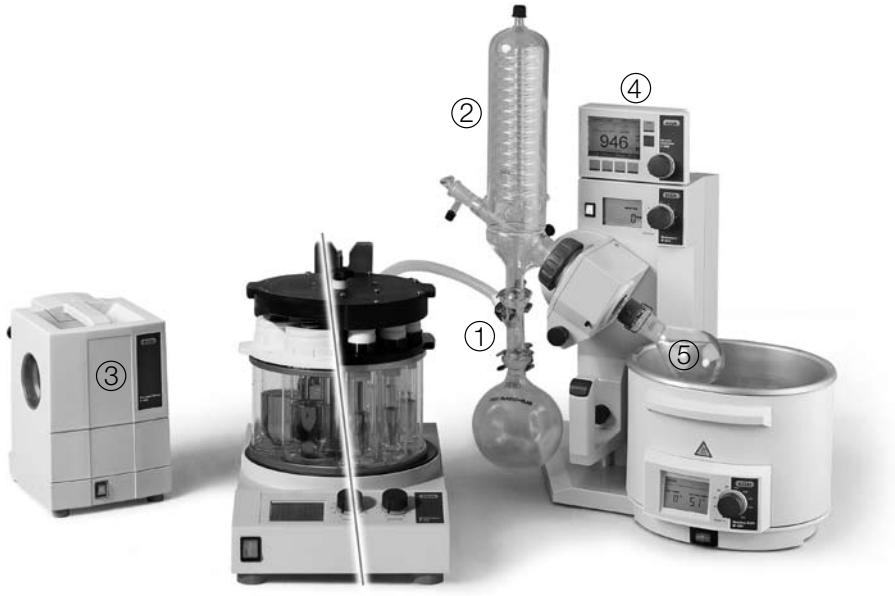


Fig. 4.2: Combinaison du Multivapor P-6/P-12 et du Rotavapor R-215

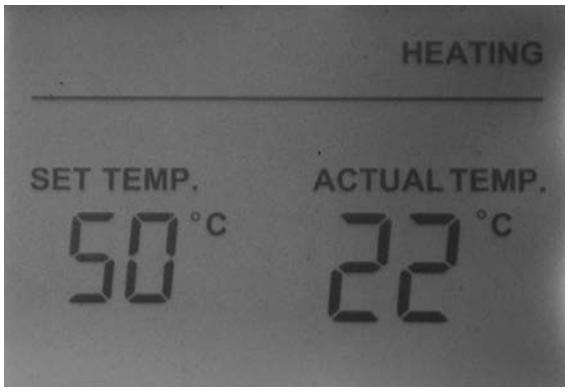
Le tuyau de vide du Multivapor est connecté au raccord en T ①, monté entre le réfrigérant et le récepteur du Rotavapor. La principale caractéristique de cette configuration est le partage de l'assemblage réfrigérant ②, de la pompe à vide ③ et du régulateur de vide ④ par le Multivapor et le Rotavapor. La même configuration est donc capable de réaliser une évaporation individuelle de gros ballons et une évaporation parallèle de petits tests tube, et ce, avec un encombrement minimal. Pour des raisons physiques, l'exécution simultanée des deux tâches n'est cependant ni possible ni souhaitable, car la capacité de refroidissement du réfrigérant ne vient pas à bout de la quantité de vapeur produite. Pendant le fonctionnement du Multivapor, le côté Rotavapor doit être fermé au moyen d'un ballon d'évaporation vide ⑤.

4.1.3 Eléments de commande du Multivapor (version autonome)

① Commutateur principal
② Indication de la température
③ Bouton de réglage de la température
④ Bouton pour vitesse de rotation
⑤ Support pour prise de vide

Fig. 4.3: Vue d'ensemble des éléments de commande du Multivapor

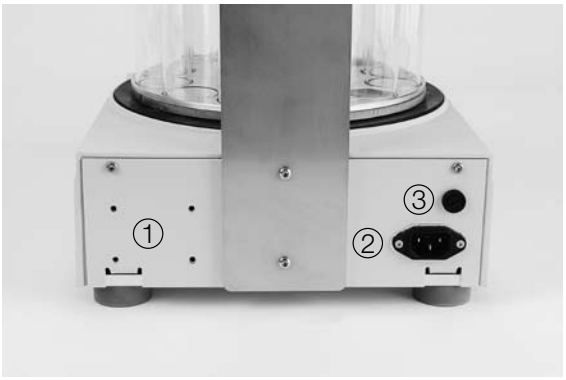
4.1.4 Affichage du Multivapor



L'affichage indique à la fois la température courante et la température réglée. Si la température courante est inférieure à la température réglée, le message «heating» s'affiche.

Fig. 4.4: Affichage du Multivapor

4.1.5 Raccords arrière du Multivapor



① Dispositif de fixation pour bouteille de Woulff
② Alimentation secteur
③ Fusible principal

Fig. 4.5: Panneau arrière du Multivapor

4.2 Plateforme Multivapor

La plateforme est disponible avec une alimentation 220–240 V et une alimentation 100–120 V. La température et le mouvement orbital de la plaque chauffante peuvent être ajustés individuellement avec les boutons correspondants. La température est limitée à 95 °C pour prévenir l'évaporation de l'eau utilisée comme fluide caloporteur. Les températures réglée et courante de la plaque chauffante s'affichent toutes deux.
La vitesse orbitale horizontale de la plaque chauffante est indiquée par une graduation (0...10) et s'étend de 0 à 370 rpm (Multivapor P-6) ou de 0 à 485 rpm (Multivapor P-12).
Un joint caoutchouc noir ① prévient l'infiltration de liquides à l'intérieur de l'instrument.

Fig. 4.6: Plateforme Multivapor

4.3 Crystal rack

Fig. 4.7: Multivapor avec crystal rack

Le crystal rack ① est fixé sur la plaque chauffante avec des vis et agit comme un circuit de transfert de chaleur entre la plaque chauffante et les tubes échantillon Il comprend 6 ou 12 cylindres de verre disposés de façon circulaire pour être bien vus. Une indication de niveau signale le niveau de remplissage optimal de l'eau, utilisée comme fluide chauffant.
Autre avantage du crystal rack par rapport aux racks métalliques très répandus, la compatibilité avec tous types de tubes échantillon (indépendamment de la forme, du diamètre et de la longueur).

4.4 Rack préparateur d'échantillons

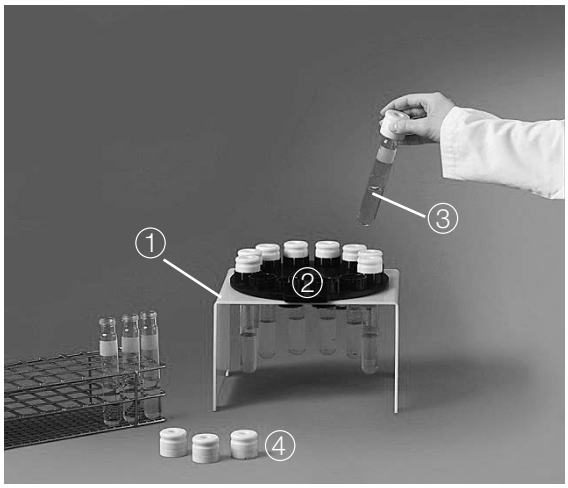


Fig. 4.8: Rack préparateur d'échantillons avec plaque de transfert et tubes test pourvus des adaptateurs correspondants

Le rack préparateur d'échantillons ① sert de support au rack de transfert ② comprenant 6 ou 12 tubes échantillon ③.
Les tubes sont équipés d'adaptateurs spécifiques ④ qui isolent les tubes test munis de la prise de vide.

4.5 Bouche-trous (en option)

Fig. 4.9: Bouche-trous

Si le crystal rack n'est pas entièrement rempli, il faut placer des tubes échantillon ou les bouche-trous disponibles en option dans les positions vides. La partie inférieure de ces adaptateurs est fermée, mais les dimensions extérieures sont les mêmes que celles des adaptateurs standard.
Il n'est pas nécessaire de répartir les échantillons de façon homogène dans le crystal rack.
On peut donc placer les tubes échantillon à l'avant et mettre des bouche-trous dans les positions arrière.
Dans des conditions très difficiles, comme par exemple en cas d'évaporation d'acide trifluoroacétique (TFA), on peut obtenir des bouchons en PEEK.

4.6 Frittés PE (en option)

Fig. 4.10: Frittés PE

Afin de réduire la contamination de la prise de vie par des échantillons moussants ou à retard d'ébullition, un fritté PE poreux optionnel peut être placé dans les adaptateurs de tube qui ferment le conduit de vapeur Cette mesure permet aussi une adsorption de l'échantillon sur de la silice à des fins chromatographiques (charge sèche) en maintenant la silice à l'intérieur du tube.

4.7 Ressort d'adaptateur (en option)

Fig. 4.11: Ressort d'adaptateur

Les ressorts optionnels placés sur le dessus des bouchons de tube s'utilisent pour faciliter l'ouverture de la prise de vide.

4.8 Plaque de transfert d'échantillons

Comme les tubes test sont bien fixés sur la plaque de transfert, tout l'assemblage est transféré en une fois au crystal rack. Ceci permet un équilibrage préalable de l'instrument.

Fig. 4.12: Transfert d'échantillons simultané au moyen de la plaque de transfert

4.9 Prise de vide

Les échantillons sont fermés hermétiquement avec la prise de vide ① via les adaptateurs ②. La prise fait office de collecteur à vide qui recueille individuellement la vapeur de chaque échantillon dans des canaux nervurés. Cette conception diminue sensiblement le risque d'une contamination croisée. Un conduit d'évacuation descendant est raccordé à l'assemblage réfrigérant au moyen d'un tube de vide PFA nervuré.

Fig. 4.13: Multivapor avec crystal rack et prise de vide correspondante

4.10 Ecran de protection

L'écran de protection protège l'utilisateur contre les projections de fluides brûlants et dépôts de tubes essai en cas d'implosion ou d'explosion.

Fig. 4.14: Ecran de protection

4.11 Condensation (en option)

Deux types de réfrigérants sont disponibles. Les réfrigérants de type C (à gauche) s'utilisent avec de la carboglace/l'acétone, et les réfrigérants de type S (à droite) sont branchés sur l'eau du robinet ou sur un refroidisseur à circulation Les deux sont pourvus d'un revêtement P+G pour procurer un maximum de sécurité. Le ballon récepteur est disponible avec une contenance de 1 ou 2 l. Il est aussi possible d'utiliser un réfrigérant de type S standard, avec serpentin de refroidissement interne. Ceci permet l'évaporation de mélanges de solvants avec des points d'ébullition différents sans interruption entre les fractions.

Fig. 4.15: Assemblages réfrigérant de type C (à gauche) et de type S (à droite)

4.12 Solvants à haut point d'ébullition – bouteille de Woulff (en option)

Pour les solvants à point d'ébullition élevé, qui ont tendance à se condenser dans le tuyau de vide, il existe un réservoir optionnel – la bouteille de Woulff – que l'on peut fixer à l'arrière de l'instrument. La vapeur est alors transférée du couvercle à la bouteille, puis à l'assemblage réfrigérant.

Fig. 4.16: Bouteille de Woulff montée sur la configuration Rotavapor

4.13 Solution de vide (en option)

L'évaporation sous vide s'effectue avec une pompe à vide. La pompe à membrane V-700 PTFE fournit un vide final inférieur à 10 mbars, qui s'avère suffisant pour la plupart des applications.
Une régulation avancée du vide est possible au moyen du régulateur V-801, V-850 ou V-855. Ce dernier intègre des fonctions de gradient complexes, bibliothèques de solvants et des algorithmes d'adaptation automatique du vide.

Fig. 4.17: Solution de vide recommandée pour le Multivapor

4.14 Raccordement à un évaporateur rotatif (en option)

Fig. 4.18: Partage du réfrigérant, de la pompe à vide et du régulateur entre le Rotavapor et le Multivapor

En plus de la version autonome, le Multivapor peut s'utiliser avec un évaporateur rotatif. Dans un premier temps, la vapeur est alors transférée à l'assemblage réfrigérant du Rotavapor à l'aide du raccord en T. Le vide est généré par la pompe à vide et ajusté par le régulateur.
Le raccord en T en verre utilisé pour cette configuration est compatible avec tous les produits Buchi et les évaporateurs rotatifs des grands fabricants, comme Heidolph, Yamato, Eyela. La présence d'un rodage sphérique S35 est indispensable pour assurer la compatibilité entre le réfrigérant et le ballon récepteur.

4.15 Serpentin de refroidissement (en option)

Le serpentin de refroidissement maintient le solvant à basse température pendant toute la durée du cycle. C'est un ballon récepteur horizontal cylindrique avec une enveloppe isolante et un circuit de refroidissement interne. Le circuit est raccordé à un refroidisseur à circulation et conserve son contenu à basse température. Un tube en U indique le niveau et permet de vider le ballon sans déconnexion. Le ballon a un volume total de 2.5 l.

Fig. 4.19: Récepteur refroidi avec réfrigérant de type S

5 Mise en service

Ce chapitre explique comment installer le Multivapor et le mettre en service pour la première fois.

REMARQUE
Inspecter l'instrument pour repérer d'éventuels dommages lors du déballage. Si nécessaire, préparer un rapport d'état immédiatement pour informer les services postaux, la société de chemins de fer ou l'entreprise de transport chargée de l'expédition. Garder l'emballage original pour de futurs transports.

5.1 Lieu d'installation

Placer l'instrument sur une surface horizontale, stable, adaptée aux dimensions maximales du produit.

REMARQUE
La plateforme vibrante se déplace horizontalement avec des mouvements orbitaux et une vitesse de jusqu'à 485 rpm (P-6), ce qui peut engendrer de grandes vibrations sur la surface. Pour cette raison, il faut s'assurer que la surface est stable.

Il n'est pas nécessaire de placer l'instrument dans une hotte, mais les gaz évacués de la pompe à vide devraient être conduits directement vers une hotte.

5.2 Branchement électrique

ATTENTION
Veiller à ce que la tension secteur corresponde à la tension indiquée sur la plaque de série de l'instrument.

S'assurer que l'instrument est mis à la terre. Les raccords externes et rallonges doivent être munis d'un contact de terre (câbles, raccords, connecteurs 3 pôles), le conducteur secteur ayant une fiche moulée pour éviter des risques dus à un mauvais contact.

S'assurer qu'aucune étincelle électrique ne se produit dans l'instrument ou dans son environnement. Ceci pourrait endommager l'instrument.

5.3 Mise en place de l'instrument de base Multivapor

5.3.1 Mise en place du crystal rack

Fig. 5.1: Installation du crystal rack sur la plaque chauffante

Eliminer toutes les impuretés de la plaque chauffante et sur la face intérieure du crystal rack. Placer le rack sur la plaque chauffante, l'encoche ① étant orientée vers l'avant, et le fixer solidement avec les quatre vis ② fournies.

5.3.2 Mise en place de la bouteille de Woulff (en option)

Fig. 5.2: Installation du support pour la bouteille de Woulff

Fixer la bouteille de Woulff avec les quatre vis fournies à l'arrière de l'instrument. Les tubes de vide seront installés comme sur la fig. 5.7.

5.3.3 Calage antiséisme

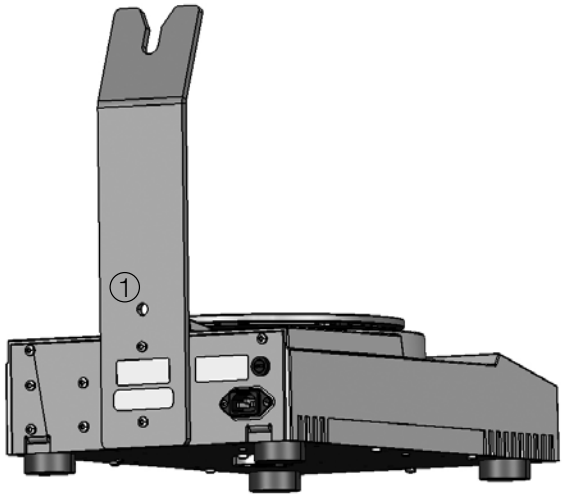


Fig. 5.3: Calage antiséisme

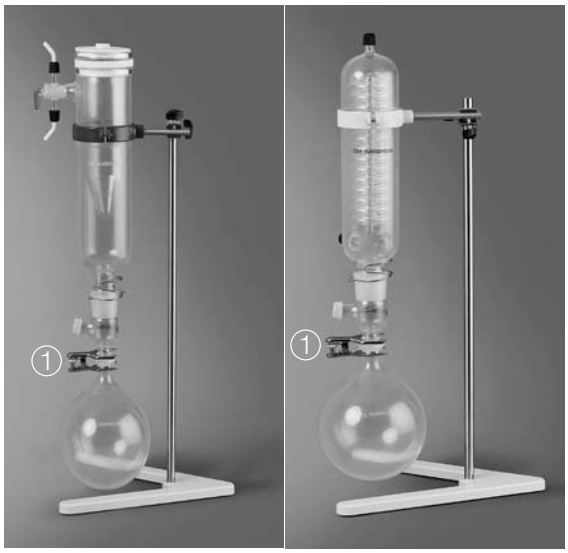
① Orifice pour caler l'instrument dans des zones à risque de séisme.

5.4 Assemblage en verre

ATTENTION

Vérifier la verrerie pour repérer tout dommage avant toute mise en service et utiliser seulement une verrerie en parfait état. Une verrerie fissurée, à étoiles ou présentant d'autres dommages peut devenir défaillante pendant le service.

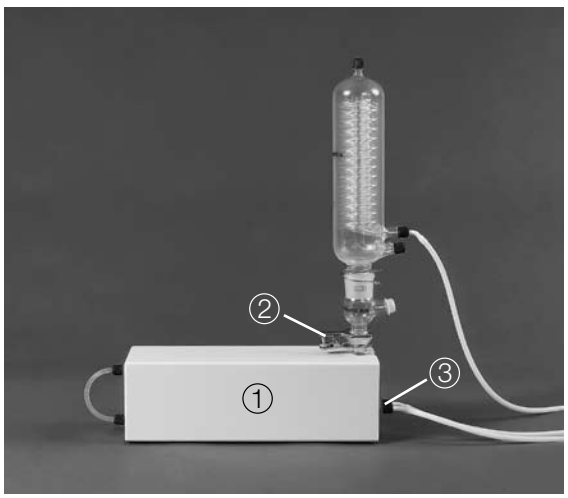
5.4.1 Réfrigérant de type S et de type C



Installer les assemblages réfrigérant sur le support fourni ou sur un support de laboratoire stable de façon que la base soit orientée vers le réfrigérant.
Bloquer le ballon récepteur avec l'attache ① fournie à cet effet.

Fig. 5.4: Installation de l'assemblage réfrigérant sur le support

5.4.2 Assemblage réfrigérant avec serpentin de refroidissement (en option)



Le serpentin de refroidissement ① peut être utilisé à la place du ballon récepteur et est fixé au moyen de l'attache ②. Le circuit de refroidissement interne est connecté à une source de refroidissement ③ (eau du robinet ou refroidisseur à circulation).

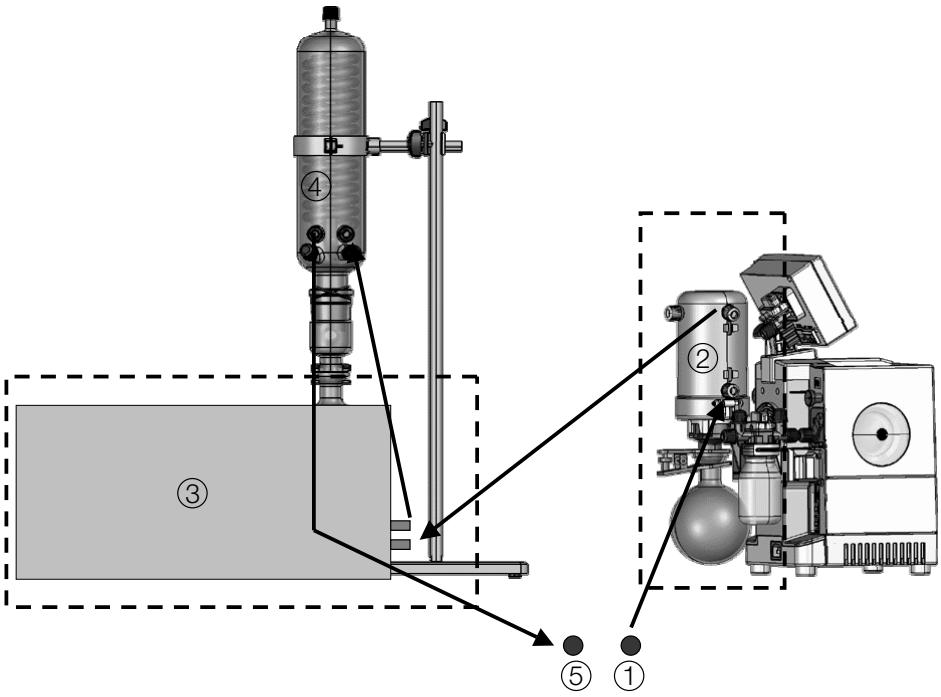
Fig. 5.5: Réfrigérant de type S avec serpentin de refroidissement

5.5 Connexions tubulaires

5.5.1 Eau de refroidissement

Lors du branchement des tuyaux d'eau de refroidissement blancs (silicone), observer les points suivants:

- Utiliser les attaches de tuyau GL-14.
- Les tuyaux utilisés doivent tous avoir le même diamètre intérieur (approximativement 6 mm).
- Par mesure de sécurité, fixer les tuyaux avec des pinces pivotantes de tuyau ou des pinces de câble courantes.
- Pour économiser de l'eau de refroidissement ou réduire la température de l'agent refroidisseur, il est recommandé d'utiliser un refroidisseur à circulation comme le B-740/8 ou B-741.
- Vérifier de temps à autre l'état des tuyaux et les remplacer s'ils sont cassants.



① Sortie agent refroidisseur
② Réfrigérant secondaire (en option)
③ Serpentin de refroidissement (en option)
④ Réfrigérant primaire
⑤ Entrée agent refroidisseur

Fig. 5.6: Sens d'écoulement du réfrigérant primaire au réfrigérant secondaire en aval de la pompe

REMARQUE

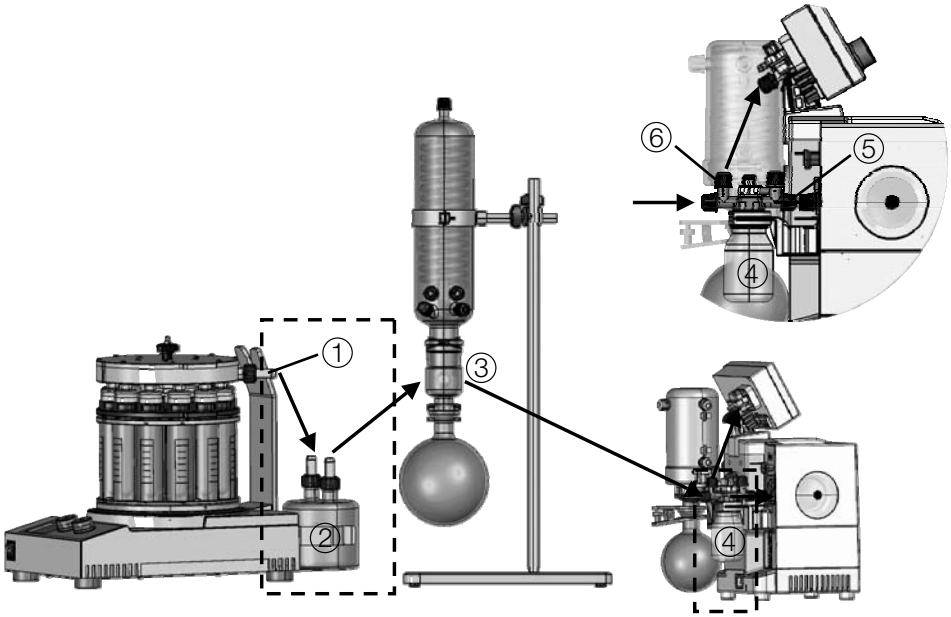
Il est important de raccorder l'agent refroidisseur d'abord au réfrigérant secondaire, puis au réfrigérant primaire étant donné que la température de l'agent refroidisseur augmente principalement dans le réfrigérant primaire.

En cas d'utilisation du type de réfrigérant C, aucune connexion tubulaire n'est nécessaire.

5.5.2 Tuyaux de vide

Lors de la connexion du tuyau de vide (caoutchouc rouge), procéder comme suit:

- Utiliser les attaches de tuyau GL-14.
- Les tuyaux utilisés doivent tous avoir le même diamètre intérieur (approximativement 5 mm).
- Les tuyaux de vide doivent être assez courts.
- Si l'on travaille avec le régulateur de vide V-850/855 et la pompe à vide V-700/710, raccorder une bouteille de Woulff entre la source de vide et le Multivapor.
- Si on utilise une autre pompe que le modèle V-700/710, raccorder un bloc de soupapes au V-850/855 pour surveiller le vide.
- Les tuyaux n'ont pas besoin d'être bloqués.
- Vérifier de temps à autre l'état des tuyaux et les remplacer s'ils sont cassants.



① Sortie prise de vide
② Bouteille de Woulff sur le Multivapor (en option)
③ Raccord de vide pour réfrigérant
④ Bouteille de Woulff sur la pompe à vide (en option)
⑤ Connexion bouteille de Woulff – pompe à vide
⑥ Connexion bouteille de Woulff – régulateur de vide

Fig. 5.7: Raccords de vide standard avec réfrigérant et solution de vide V-700/855

5.6 Mise en place de la configuration Multivapor-Rotavapor

Insérer le raccord en T entre le réfrigérant et le ballon récepteur sur l'évaporateur rotatif et le fixer avec l'attache. Raccorder le tuyau de vide au rodage SVL 22 du raccord en T.

Fig. 5.8: Mise en place de la configuration Multivapor-Rotavapor

REMARQUE

Comme le système doit être fermé pour générer du vide, le conduit de vapeur sur l'évaporateur rotatif doit être isolé avec un ballon vide pendant le fonctionnement.

5.7 Contrôle de fonctionnement

Après toutes ces étapes d'installation, effectuer le test de fonctionnement suivant de l'instrument.

5.7.1 Test d'étanchéité

REMARQUE

Le test d'étanchéité est seulement réalisable quand un régulateur de vide est installé ou si un appareil de mesure de pression (manomètre) est monté entre la pompe et le Multivapor.

1. Démarrer l'instrument et régler la vitesse de rotation voulue, par ex. position 8.
2. Appliquer un vide préréglé, par ex. 100 mbars.
3. Arrêter le vide et mesurer l'augmentation de la pression Δp en 2 min.
4. L'instrument est hermétique si $\Delta p < 10$ mbars en 2 min.

Pour rendre l'appareil hermétique, procéder comme suit:

1. Fermer le tuyau de vide de la pompe à vide allant au réfrigérant et contrôler les fuites de la pompe. En cas de fuites, consulter le manuel d'instructions de la pompe à vide.
2. Obturer le tuyau de vide sur le côté tuyau de vide du réfrigérant avec un bouchon plein et vérifier l'absence de fuites sur l'assemblage réfrigérant. En cas de fuites, contrôler les joints du tuyau de vide et les capuchons GL-14. Graisser les raccords de verre si nécessaire.
3. Fermer les adaptateurs coniques de la prise de vide au moyen de bouche-trous. Remplacer les joints du tube de vide nervuré en cas de fuites ou les joints toriques des adaptateurs coniques. Si les joints toriques sont endommagés par les produits chimiques, choisir un autre matériau conformément au tableau 3-8.
4. Vérifier la qualité des tubes échantillon. Ils ne doivent pas être abîmés.

5. Vérifier si les joints des adaptateurs de tuyau sont en bon état et montés correctement. En cas de fuites, remplacer les joints correspondants. Remplacer régulièrement les joints. Ces pièces de rechange sont répertoriées au chapitre 10.3.

REMARQUE

Un serrage excessif des écrous des adaptateurs coniques de la prise de vide et des tubes échantillon a peu de chance de résoudre un problème de fuite, mais diminue à coup sûr la durée de vie des pièces. Une meilleure solution consiste à contrôler la qualité des joints correspondants, par ex. joints d'adaptateur ou joints toriques coniques.

ATTENTION

S'il est nécessaire de remplacer les adaptateurs coniques suite à un endommagement, ne pas utiliser une clé à long manche. Le filetage s'endommage en cas de serrage excessif.

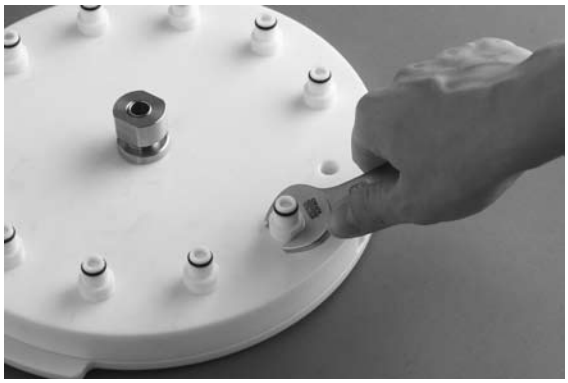


Fig. 5.9: Serrage des écrous des adaptateurs coniques

6 Fonctionnement

Ce chapitre décrit les éléments de commande et modes opératoires possibles. Il contient des indications permettant une utilisation correcte et sûre du Multivapor.

ATTENTION

Vérifier la verrerie pour repérer tout dommage avant toute mise en service et utiliser seulement une verrerie en parfait état. Une verrerie fissurée, à étoiles ou présentant d'autres dommages peut devenir défaillante pendant le service.

6.1 Paramétrage de la plateforme Multivapor

La température et la vitesse de rotation du mouvement horizontal de la plaque chauffante sont des paramètres variables de l'instrument.

ATTENTION

Dès que la fiche d'alimentation est branchée et que le commutateur principal est réglé sur marche, la plaque chauffante se met en route si la température courante est inférieure à la température réglée. Vérifier par conséquent toujours la présence de fluide chauffant dans le crystal rack pour éviter un endommagement de l'instrument.

AVERTISSEMENT

La plaque chauffante peut atteindre une température de 95 °C. Pour éviter des brûlures, s'assurer qu'aucun liquide ne déborde des cylindres de verre quand les tubes échantillon sont submergés et utiliser l'écran de protection (en option) pour isoler les parties brûlantes.

REMARQUE

L'affichage indique la température de l'eau dans le cylindre de verre. Pendant l'évaporation, de la chaleur est transférée du fluide chauffant au réfrigérant. Cette opération peut provoquer une réduction de température de plus de 15 °C du bain d'eau. Ce fait doit être pris en compte lors de la sélection d'une température de refroidissement appropriée à l'intérieur du réfrigérant.

6.1.1 Sélection d'une température préréglée

Le préréglage d'une température empêche un changement accidentel ou volontaire de la température du bain chauffant pendant l'évaporation.

Pour mettre l'instrument en mode preset, procéder comme suit:

- Mettre l'instrument hors tension.
- Tourner le bouton de réglage jusqu'à la position 95 °C (max).
- Allumer l'instrument. La valeur de la température réglée clignote sur l'affichage.
- Tourner le bouton en l'espace de 10 secondes à la position correspondant à la température souhaitée, par ex. 60 °C, et attendre la fin du clignotement de la température réglée.
- La température réglée est conservée à chaque mise sous tension du bain chauffant et ne peut plus être changée avec le bouton de réglage.

6.1.2 Changement/désactivation de la température préréglée

Pour changer ou désactiver la température préréglée, procéder comme ci-après:

- Mettre l'instrument hors tension.
- Tourner le bouton de réglage jusqu'à la position 0 °C (min).
- Allumer l'instrument. La température préréglée est maintenant effacée et la température peut être resélectionnée avec le bouton.

6.1.3 Réglage de la vitesse de rotation

REMARQUE

Dès que la fiche d'alimentation est branchée et que le commutateur principal est réglé sur marche, la plaque chauffante se déplace horizontalement avec des mouvements orbitaux, à la vitesse réglée avec le bouton.

La vitesse de rotation de la plateforme en mouvement se situe entre 0 et 370 rpm (Multivapor P-6) ou entre 0 et 485 rpm (Multivapor P-12). Dans cette plage, même les échantillons visqueux sont agités vigoureusement sous l'effet d'un puissant mouvement tourbillonnant. Pour la plupart des applications, une vitesse de rotation constante à la position 8 s'avère suffisante.
La valeur absolue de la vitesse de rotation n'est pas affichée. L'indication 0…10 sur la plateforme présente une augmentation linéaire de 0 (0 rpm) à 10 (370 ou 485 rpm).

REMARQUE

Une fois optimisée, l'action du tourbillon reste constante à travers l'évaporation, puisque la taille et le diamètre intérieur des tubes échantillons le sont. Changer les géométries de verrerie, par ex. pour utiliser des fonds coniques (tubes Falcon) ou arrondis, peut altérer l'efficacité de l'agitation en provoquant des retards à l'ébullition. Il est de ce fait conseillé d'ajuster la vitesse de rotation pendant le processus.

ATTENTION

Les configurations Multivapor P-6 et P-12 ne sont pas interchangeables. Il convient donc de ne pas placer un crystal rack P-6 sur une plateforme P-12. La vitesse du mouvement orbital n'est pas adaptée à la géométrie et à la masse du rack P-6.

6.2 Préparation d'échantillons

6.2.1 Mise en température de l'instrument

Fig. 6.1: Verser de l'eau distillée jusqu'à un niveau de forte agitation pendant le fonctionnement

L'eau distillée est ajoutée à chaque cylindre de verre du crystal rack pour transférer la chaleur de la plaque chauffante au tube échantillon. Des quantités égales d'eau doivent être ajoutées à chaque cylindre pour fournir un transfert de chaleur uniforme. Une indication de niveau signale les volumes optimaux selon le type de tube échantillon.
Démarrer la mise en température dès qu'une position est remplie. Il faut environ 20 min pour équilibrer le système, jusqu'à ce que la température de l'eau reste constante.

REMARQUE

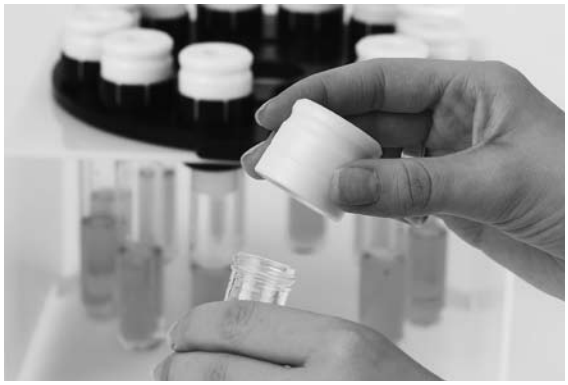
- *Le volume d'eau joue un rôle déterminant dans le transfert de chaleur optimal. Il n'est donc pas conseillé d'ajouter plus d'eau que nécessaire. La chaleur transférée à l'échantillon décroît quand le volume augmente. Cela tient surtout au mélange insuffisant du fluide chauffant. Il convient donc d'ajouter tout juste assez d'eau pour que le récipient échantillon plonge d'une profondeur de 2 à 3 cm dans le fluide chauffant. Optimiser la rotation pour obtenir un puissant tourbillon à la fois pour l'échantillon et le fluide chauffant.*
- *Pour atteindre l'équilibre, mettre l'instrument sous tension et le régler à la température d'évaporation désirée 20 min avant la distillation.*

6.2.2 Préparation d'échantillons

L'installation et l'isolation du tube échantillon s'effectuent comme suit:

- Mettre le joint dans l'adaptateur.

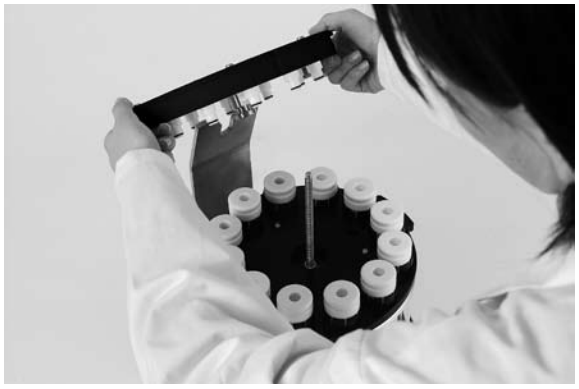
- Utiliser les frittés PE optionnels comme protection contre la mousse et les projections.



- Visser l'adaptateur sur le tube.

- Insérer le tube échantillon dans la plaque de transfert. S'assurer qu'il s'enclenche correctement.

- Remplir toutes les positions ou utiliser des bouche-trous pour obturer les places vides (en option).
- Transférer l'assemblage complet dans le crystal rack préchauffé.



- Fermer la prise de vide.
- Serrer la prise de vide au moyen du verrouillage rapide.

Fig. 6.2: Préparation d'échantillons

ATTENTION

Il est important que les connexions soient juste serrées à la main. Un serrage excessif réduit la durée de vie des joints d'adaptateur et de l'écrou de verrouillage rapide.

6.3 Sélection des conditions de distillation

Pour obtenir des conditions de distillation optimales, l'énergie de distillation fournie par la plateforme chauffante doit être éliminée par le réfrigérant. A cet effet, faites fonctionner l'instrument en vous basant sur la règle générale suivante:

Fluide chauffant: 55 °C ⟷ (25 °C) Vapeur: 30 °C ⟷ (20 °C) Agent refroidisseur: Max. 10 °C

Comment ces conditions sont-elles réalisées?

- Régler la température de l'instrument à 55 °C.
- Utiliser un refroidisseur à circulation pour régler la température du réfrigérant à 10 °C max. ou utiliser, alternativement, un réfrigérant à carboglace (type C).
- Le flux de réfrigérant est ajusté à env. 600 – 800 ml/min.
- Définir le vide de service en fonction du point d'ébullition du solvant, 30 °C dans cet exemple. La pression correspondante peut être déduite du tableau de solvants joint ou de la bibliothèque de solvants intégrée dans le régulateur de vide V-850/855.

Cette règle peut être extrapolée pour de plus hautes températures, selon l'exemple suivant:

Plaque chauffante: 75 °C ⟷ (25 °C) Vapeur: 50 °C ⟷ (20 °C) Agent refroidisseur: Max. 30 °C

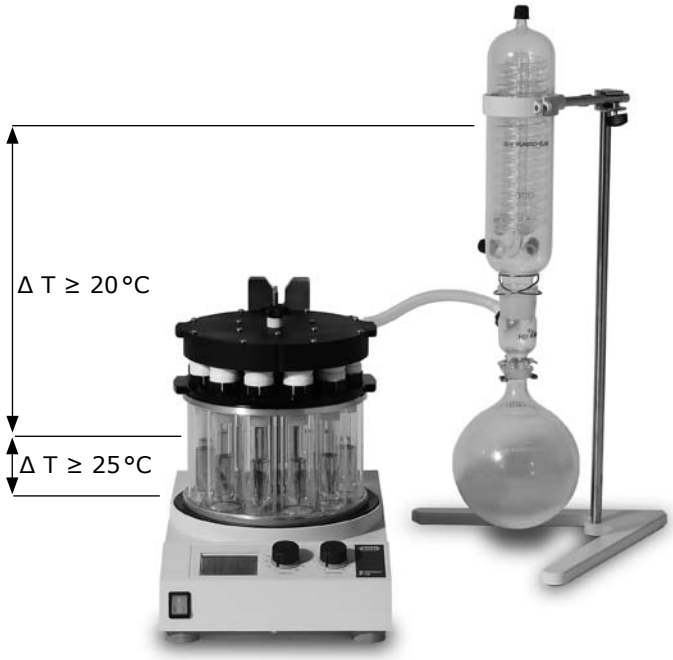


Fig. 6.3: Représentation schématique de la baisse de température relative du circuit de distillation

REMARQUE

La règle 25/20 °C indique que durant le service la température affichée ne correspond pas à la température de la vapeur ou du mélange d'échantillons. Pendant la distillation, on observe une baisse de température de 10 °C pour l'échantillon et d'environ 25 °C pour la vapeur.

Les conditions de distillation du Multivapor ne sont de ce fait pas directement comparables à celles du Rotavapor étant donné que le transfert de chaleur dans ce dernier (du bain chauffant au ballon échantillon) est plus efficace en comparaison avec le Multivapor. Pour des températures réglées identiques, la température courante de l'échantillon Multivapor serait environ 15 °C inférieure à celle de l'échantillon Rotavapor.

AVERTISSEMENT

Une capacité de refroidissement inadéquate, à savoir trop haute température ou débit insuffisant, peut se traduire par une contamination toxique de l'atmosphère du laboratoire, la vapeur n'étant pas suffisamment condensée.

6.4 Distillation

Avant de mettre le système en service, les conditions suivantes doivent être remplies:

- Toutes les connexions électriques sont établies correctement.
- Tous les raccords de vide et d'agent refroidisseur sont établis correctement. Ces derniers étant fixés avec des serre-câbles.
- Tous les joints sont insérés correctement.
- Le niveau d'eau versé correspond au niveau requis.

Pour démarrer le système, procéder comme suit:

- Allumer l'instrument.
- Régler la température (recommandé: 50–80 °C).
- Ajuster le débit d'agent refroidisseur (recommandé: 5–20 °C, 600–800 ml/min).

- Dès que l'instrument a été équilibré (après env. 20 min), placer les tubes échantillon dans le crystal rack. Utiliser les tubes échantillon vides ou des bouche-trous (en option) pour obturer les positions vides.
- Mettre la prise de vide en place et la serrer à la main.
- Régler la vitesse de rotation (recommandé: pos. 8–10).
- Allumer la pompe à vide et le régulateur.
- Régler le vide selon la règle 25/20 °C.
- Attendre env. 5 min une fois que le vide a atteint le point réglé. La température de l'échantillon peut, en fonction de la température réglée, chuter pendant l'évaporation initiale et conduire à un léger réajustage des conditions de vide.
- Si la distillation ne démarre pas, réduire avec précaution et graduellement le vide ou augmenter la température sur l'instrument. Vérifier l'efficacité du réfrigérant et s'assurer que la vapeur n'est pas directement aspirée dans la pompe.

REMARQUE

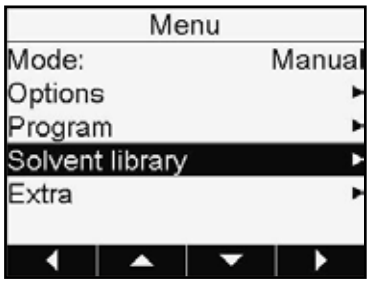
En général, plus les tubes test sont petits, plus le risque d'un retard à l'ébullition est élevé. Pour prévenir une contamination de la prise de vide, appliquer un gradient de pression afin de réduire la pression graduellement (voir chapitre 6.5.2) ou utiliser les frittés PE optionnels comme protection contre la mousse et les projections.

6.5 Optimisation des conditions de vide (en option)

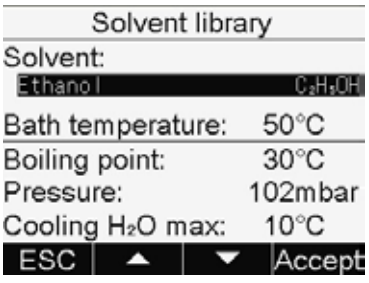
Il y a trois façons d'évaporer des échantillons multiples en mode parallèle avec le Multivapor au moyen du régulateur de vide V-801, V-850 ou V-855. Les fonctions principales sont décrites brièvement dans les sections suivantes. Pour plus d'informations, consulter le manuel d'instructions correspondant.

6.5.1 Régulation manuelle du vide et bibliothèque de solvants (V-850/V-855)

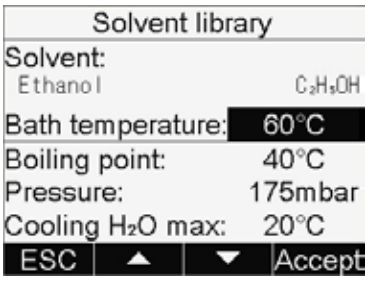
Choisir la température selon la règle 25/20 °C. Pour connaître la pression correspondante, consulter la bibliothèque de solvants. Pour ce faire:



- Ouvrir la bibliothèque de solvants.



- Sélectionner le solvant correspondant.



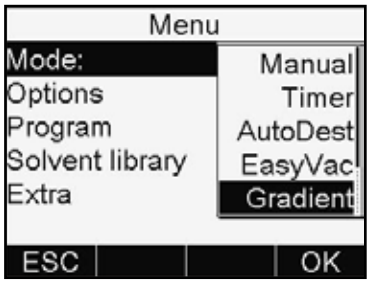
- Régler la température de l'instrument.

REMARQUE

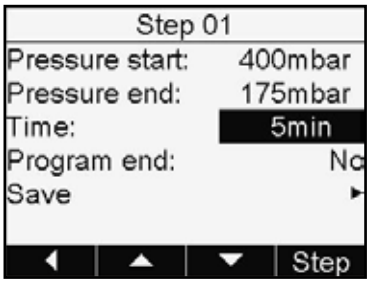
Les paramètres indiqués dans la bibliothèque de solvants sont optimisés pour le Rotavapor. Comme la différence relative du Multivapor entre la plaque chauffante et le point d'ébullition est d'environ 25 °C, la température de l'instrument doit être adaptée en conséquence. Par exemple, si un échantillon s'évapore à 40 °C (point d'ébullition), l'instrument doit être réglé à 65 °C à la place de 60 °C, mais le vide est défini conformément à la «température de bain» de 60 °C. Si de l'éthanol est utilisé comme solvant, le vide est réglé sur 175 mbars et l'instrument chauffé à 65 °C.

6.5.2 Gradients de pression (V-855)

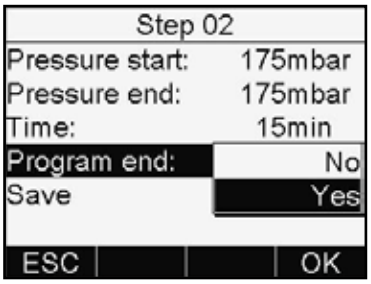
Un réglage manuel de la pression au point d'ébullition implique un risque de retard à l'ébullition. Pour réduire ce risque, il est fortement recommandé de programmer des paliers de pression convergeant vers le vide final optimisé. Pour ce faire:



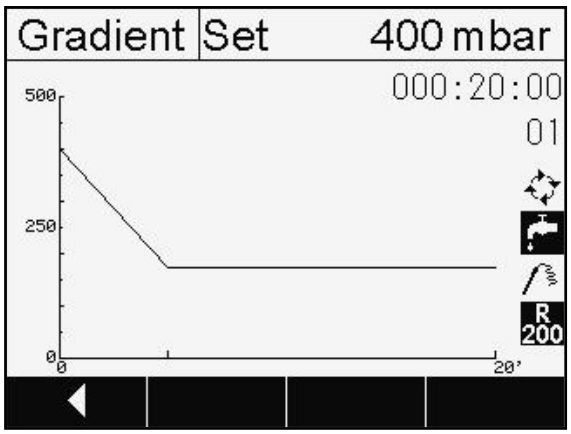
- Sélectionner le mode Gradient.



- Programmer le premier pas.



- Programmer des pas additionnels et terminer avec «Yes».



Le gradient correspondant peut être enregistré pour un futur rappel. Pour plus d'informations, consulter le manuel d'instructions du régulateur de vide.

Fig. 6.4: Gradient de pression pour la distillation d'éthanol à 65 °C (réglage instrument)

Il est souvent recommandé de sécher tout échantillon solide résiduel tout de suite après l'évaporation de solvant. Pour des procédures de routine, il est conseiller d'intégrer ce pas directement dans le programme de gradients. Ceci réduit la manipulation de l'instrument de même que la supervision.

Fig. 6.5: Exemple de réglage de gradient avec une étape de séchage consécutive à l'évaporation de solvant

REMARQUE

Une étape de séchage directe sans interruption de la distillation est seulement possible si le solvant distillé est maintenu à basse température, c'est-à-dire en dessous du point d'ébullition correspondant du réglage de vide final. Pour ce faire, on utilise un bain glacé ou le serpentin de refroidissement optionnel en combinaison avec un refroidisseur à circulation.

Les gradients de pression constituent aussi un outil idéal pour des mélanges complexes avec des composants à point d'ébullition bas qui tendent à mousser ou à faire des projections. Un palier préliminaire à haute température d'environ 10 min réduit en général de manière sensible le risque de projection ou de formation de mousse.

6.5.3 Distillation automatique (V-801/V-855)

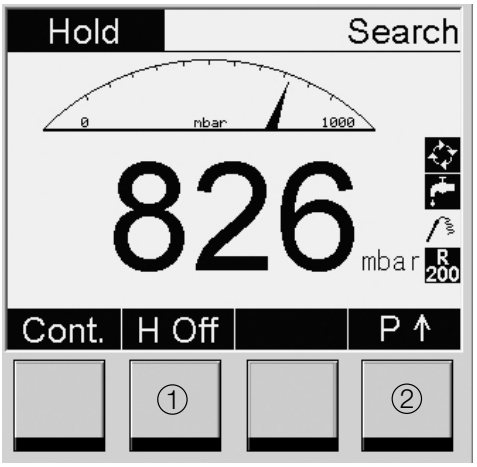


Fig. 6.6: Distillation automatique

Le mode EasyVac, intégré dans le module de vide V-801 et le régulateur de vide V-855, est conseillé pour l'évaporation automatique de mélanges d'échantillons, même très complexes. L'algorithme EasyVac se base sur les variations de pression relatives au fil du temps et n'exige pas d'accessoires additionnels.
Il est possible d'interrompre l'algorithme à tout moment en appuyant sur le bouton P↑ ② et de poursuivre le traitement en appuyant sur le bouton H Off ①.
C'est une mesure efficace pour réduire la formation de mousse et les projections de mélanges sensibles.

REMARQUE
Un système étanche, $\Delta p < 5$ mbars par minute, est indispensable au bon fonctionnement d'EasyVac.

6.6 Optimisation des conditions de distillation

Le solvant distillé peut exiger une optimisation des paramètres pendant le process. Charge optimale: env. ½ de la hauteur du réfrigérant.

Pour ce faire

- réduire la pression ou
- augmenter la température

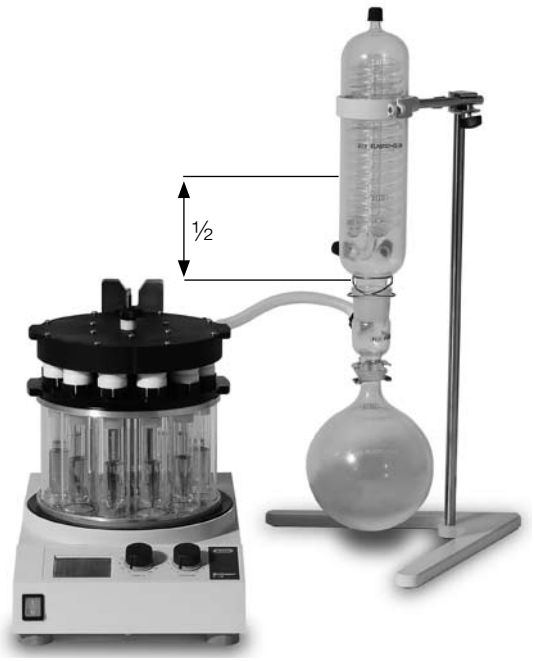


Fig. 6.7: Charge optimale du réfrigérant

REMARQUE

En cas de hausse de température, seule une fraction de l'énergie additionnelle est utilisée pour la distillation. La plus grande partie se dissipe dans l'environnement en raison d'un accroissement de la différence de température de la plaque chauffante et de la température ambiante.

6.7 Quand la distillation est sur le point de s'arrêter

Quand la distillation est sur le point de s'achever, une réévaporation peut se produire. Dans ce cas, il convient d'interrompre la distillation afin de vider le ballon récepteur ou de maintenir le solvant à basse température (voir aussi section 6.5.2).
Le récepteur réfrigérateur s'avère être un accessoire pratique pour le maintien à basse température. Pour évacuer le solvant, ouvrir le raccord de tuyau GL-14 supérieur et amener le solvant dans un bécher.

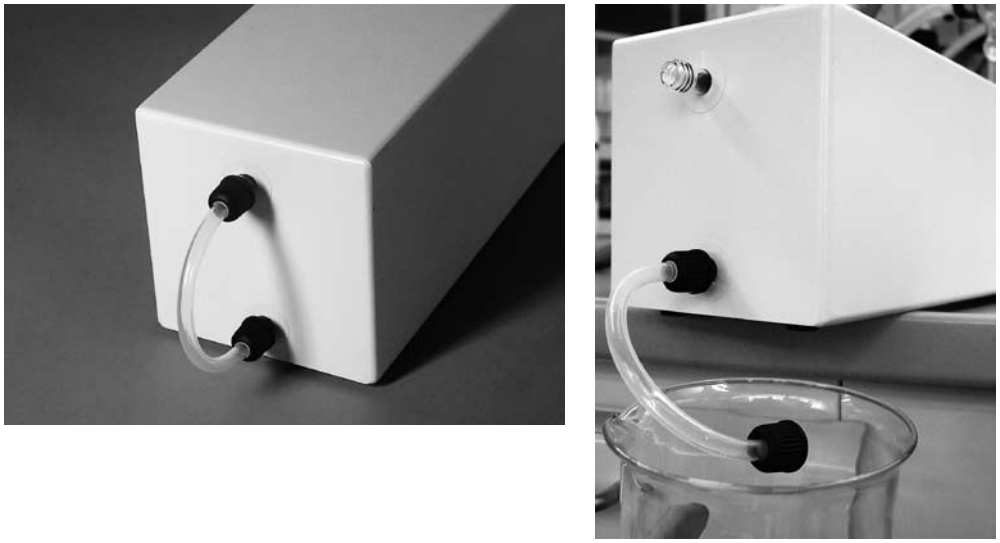


Fig. 6.8: Evacuation du contenu du ballon récepteur refroidi

6.8 A la fin d'un cycle

Fig. 6.9: Support pour prise de vide

A la fin de la distillation, le système est aéré et la rotation arrêtée.
A l'ouverture du verrouillage rapide, les ressorts de retenue (non illustrés) écartent la prise de couvercle et les adaptateurs de tube pour faciliter l'ouverture de la prise. Mais l'instrument peut aussi être ouvert sans ressorts.
Placer le couvercle sur son support et remettre les échantillons dans le rack préparateur. Ainsi, le temps d'exposition des échantillons à un environnement chaud est réduit.
Si on ne souhaite pas effectuer une autre distillation, mettre l'instrument hors tension et couper l'alimentation en agent refroidisseur pour économiser de l'énergie et des ressources.

7 Entretien

Ce chapitre renferme des indications sur les travaux d'entretien à effectuer pour que l'instrument reste dans un bon état de fonctionnement.

AVERTISSEMENT

Tous les travaux d'entretien et de remise en état requérant l'ouverture ou le retrait du boîtier de l'instrument sont réservés à un personnel formé et disposant d'outils appropriés.

AVERTISSEMENT

Risque d'électrocution:

- *Avant d'effectuer des travaux d'entretien sur l'instrument, mettre ce dernier hors tension et enlever toutes les sources de vapeur inflammable.*

ATTENTION

Utiliser seulement des consommables et pièces de rechange Buchi d'origine pour l'entretien et la remise en état en vue de garantir un fonctionnement performant et fiable de l'instrument. Toute modification de pièces de rechange nécessite l'accord écrit préalable du fabricant.

7.1 Boîtier

Vérifier l'état du boîtier (éléments de commande, fiches) et le nettoyer régulièrement avec un chiffon humide.

ATTENTION

Ne jamais utiliser de solvants comme agents de nettoyage. Ces derniers pourraient endommager l'instrument.

7.2 Raccords de tuyaux et rodages

Réaliser une inspection visuelle régulière des connexions tubulaires. Si les tuyaux se fissurent et deviennent cassants, les remplacer par de nouveaux.
Graisser régulièrement tous les rodages du côté réfrigérant pour obtenir une parfaite étanchéité du système.

7.3 Système d'étanchéité

ATTENTION

Lors du remplacement des joints, prendre soin de ne pas les endommager.

Pour éviter d'endommager les joints, ne jamais appliquer de graisse et ne jamais les toucher avec des objets tranchants.

7.3.1 Nettoyage des joints

Pour prolonger la durée de vie des joints, les rincer régulièrement avec de l'eau ou de l'éthanol et toujours en cas de contamination non souhaitée (formation de mousse ou retard à l'ébullition).
Essuyer les joints nettoyés avec un chiffon doux.

7.3.2 Remplacement des joints d'adaptateur de tube

Les joints sont placés sans fixation dans les adaptateurs de tube de manière à pouvoir être enlevés aisément et nettoyés entre les cycles.
Il est recommandé de remplacer régulièrement les joints des adaptateurs pour garantir l'étanchéité du système.

Fig. 7.1: Remplacement des joints d'adaptateur de tube

ATTENTION

Ne pas fermer les adaptateurs de tube avec trop de force sinon les joints s'endommagent.
Ne pas les nettoyer avec de l'acétone sinon l'anneau de silicone intérieur gonfle.

7.3.3 Remplacement des joints toriques des adaptateurs coniques

Fig. 7.2 Remplacement des joints toriques des adaptateurs coniques

Le joint torique des adaptateurs coniques peut présenter des dommages chimiques ou physiques dans des conditions de travail dures ou en cas d'usage intensif.
La prise de vide est équipée de joints toriques EPDM. Un jeu de 12 joints toriques FKM (Viton) est fourni. Le tableau 3-8 répertorie les applications recommandées et restrictions selon le matériau utilisé.
Des joints toriques en FFKM (voir aussi chapitre 10.2), montés sur la prise de vide PEEK, sont disponibles pour les conditions de traitement difficiles.
Pour déposer les joints toriques, pousser d'une main dans l'axe horizontal et de l'autre dans l'axe vertical vers le haut.

7.3.4 Nettoyage de la prise de vide et remplacement des joints toriques associés

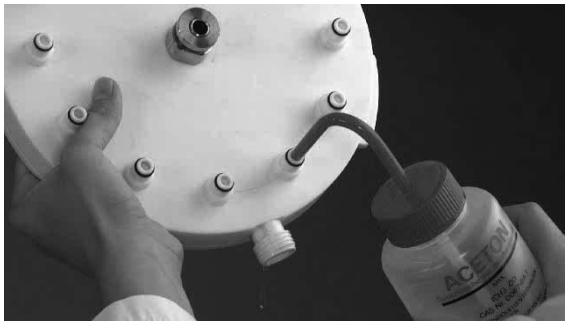


Fig. 7.4: Nettoyage de la prise de vide

Nettoyer la prise de vide en la rinçant avec de l'eau ou de l'éthanol à travers les orifices des adaptateurs coniques.
Démonter seulement la prise en cas de forte contamination. Utiliser les frittés PE optionnels pour protéger la prise contre toute projection (voir aussi chapitre 4.6).

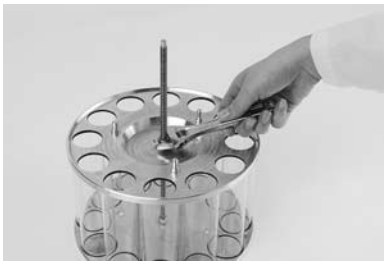
ATTENTION

Serrer les vis de la prise de vide à la main. Un serrage excessif peut endommager les pièces.

7.4 Crystal rack

Pour nettoyer le crystal rack, évacuer l'eau, au moyen du tube de vide nervuré, vers le réfrigérant et la transférer dans le ballon récepteur de l'assemblage réfrigérant avec un niveau de vide moyen.
En cas d'endommagement du verre ou de forte contamination, désassembler le crystal rack comme suit:

- Dévisser les quatre vis du fond. Retirer le rack et le vider.



- Si nécessaire, dévisser les écrous du dessus et enlever le couvercle.

- Désassembler le rack.

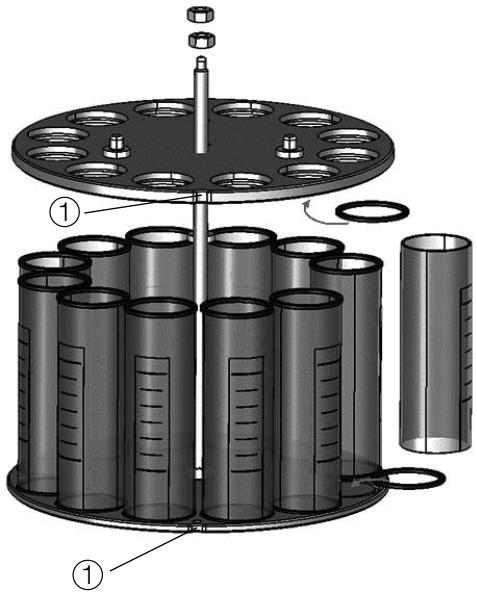


Fig. 7.5: Réassemblage du crystal rack

Dans la plupart des cas, le retrait et le nettoyage de l'assemblage s'avèrent suffisants. Désassembler seulement le rack en cas de bris de verre ou de forte contamination.
Pour réassembler le crystal rack, placer le joint plat dans les anneaux à gorge de la base du rack et du couvercle. Monter les cylindres de verre sur les joints et les couvrir avec le couvercle selon la figure 7.5. S'assurer que les encoches ① des plaques du bas et du haut sont alignées.

REMARQUE

Visser le couvercle sans serrage excessif pour éviter de casser les cylindres de verre. Contrôler l'étanchéité du système avec de l'eau avant l'installation sur la plaque chauffante.

7.5 Parties en verre

Pour allonger la durée de vie des pièces en verre, les rincer régulièrement avec de l'eau et un agent nettoyant du commerce (par ex. solution savonneuse non agressive).

REMARQUE

- *Il est recommandé de nettoyer toutes les pièces en verre manuellement. Utiliser un nettoyant alcalin pour éliminer les saletés, par ex. les algues, qui se sont déposées sur les parois du réfrigérant.*
- *Quand un fil de cuivre fin est introduit dans le verre du réfrigérant, le risque d'adhérence de saletés au verre est réduit.*
- *Enlever la graisse des rodages. Après avoir nettoyé et complètement séché chaque pièce de verre, effectuer une inspection visuelle des pièces pour repérer d'éventuels éclats et fissures. Comme ces composants sont sous vide pendant le service, ils subissent des contraintes.*
- *Contrôler régulièrement la verrerie et utiliser seulement de la verrerie en bon état, c'est-à-dire sans fissures ou étoiles.*
- *Les bords de tube échantillon abîmés peuvent entraîner des fuites. Vérifier régulièrement la qualité des tubes échantillons, surtout en cas d'utilisation d'un lave-vaisselle.*

7.6 Frittés PE (en option)

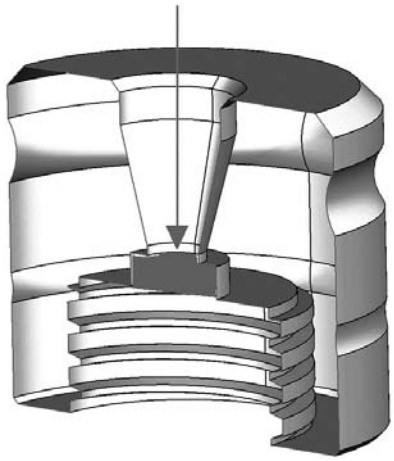


Fig. 7.6: Retrait des frittés PE

Pour enlever les frittés PE optionnels de l'adaptateur de tube, pousser un objet fin par le haut à travers l'orifice.

8 Dépannage

Le chapitre suivant décrit comment résoudre des problèmes mineurs. Il indique certains dysfonctionnements possibles, leur cause probable et propose des solutions. Le tableau de dépannage ci-dessous répertorie des dysfonctionnements et erreurs possibles de l'instrument et décrit comment l'opérateur peut les corriger lui-même. A cet effet, des actions appropriées sont listées dans la colonne "Mesure corrective".
L'élimination de dysfonctionnements ou d'erreurs plus complexes est en général assurée par un technicien Buchi ayant accès aux manuels SAV officiels. Dans ce cas, il convient de s'adresser au point SAV local de Buchi.

8.1 Dysfonctionnements et solutions

Tableau 8-1: Dysfonctionnements généraux et remèdes possibles

Dysfonctionnement	Cause possible	Solution
L'instrument ne fonctionne pas	Commutateur principal sur arrêt	Régler le commutateur principal sur marche
	L'instrument n'est pas raccordé au secteur	Vérifier le branchement secteur
	Fusible défectueux	Remplacer le fusible. Si ce dysfonctionnement se reproduit, contacter le service après-vente Buchi.
L'instrument ne chauffe pas	Protection contre surtempérature grillée	La plaque chauffante doit être remplacée. Contacter le service clients de Buchi
	Fusible défectueux	Remplacer le fusible. Si ce dysfonctionnement se reproduit, contacter le service après-vente Buchi.
Température non réglable	L'instrument est réglé en mode "température préréglée".	Suivre les instructions du chapitre 6.1.1
Rotation par à-coups	Surface non plane ou instable, ou rack à 6 positions sur un instrument P-12	Ajuster la hauteur des pieds ou changer d'emplacement. Ne pas utiliser un rack à 6 positions avec un instrument P-12 (voir étiquette sur le panneau avant), avec une vitesse de rotation supérieure au niveau 8. Placer le rack à 6 positions sur une plate-forme P-6.
Le système présente des fuites	Voir chapitre 5.7.1	Voir chapitre 5.7.1
Le vide n'est pas atteint	Le système présente des fuites	Voir chapitre 5.7.1
	Réévaporation du distillat	Vider le ballon récepteur ou refroidir le distillat (par ex. avec un bain glacé ou le serpentin de refroidissement)
	La pompe à vide est inefficace	Contrôler les caractéristiques et les fuites de la pompe à vide

Tableau 8-1: Dysfonctionnements généraux et remèdes possibles (suite)

Dysfonctionnement	Cause possible	Solution
La distillation est sur le point de s'arrêter	Mélanges de solvants; surchauffe initiale de l'échantillon	Réduire la pression jusqu'à ce que la distillation redémarre ou augmenter la température
La distillation s'est arrêtée sans dessèchement complet	Réévaporation du distillat (notamment dans le cas de mélanges de solvants)	Vider le ballon récepteur et redémarrer la distillation ou refroidir le distillat
	Problème de distillation non cerné (par ex. refroidissement soudain, trop faible transfert de chaleur)	Abaisser manuellement la pression jusqu'à ce que la distillation redémarre

Tableau 8-2: Dysfonctionnements avec régulateur de vide et pompe à vide, solutions

Dysfonctionnement	Cause possible	Solution
Commutation fréquente de la soupape ou de la pompe	Le système présente des fuites	Voir chapitre 5.7.1
	Vapeur aspirée dans la pompe	Augmenter la pression selon la procédure décrite au chapitre 6.6
	L'hystérésis choisie est trop petite	Choisir une plus grande hystérésis (si le vide final est supérieur à 700 mbars, commuter sur hystérésis automatique)
La soupape ne commute pas	La soupape est sale ou le câble de soupape n'est pas connecté	Contrôler la connexion électrique. Si ce dysfonctionnement se reproduit, contacter le service après-vente Buchi.

Tableau 8-3: Messages d'erreur

Numéro d'erreur	Cause possible	Solution
E01	Capteur de température défectueux	Contacter le service après-vente de Buchi
E02	Thyristor défectueux, sur-température	Contacter le service après-vente de Buchi
E70	Erreur de programme due à un logiciel ou à une erreur électronique	Eteindre l'instrument et le rallumer. Si cette erreur se reproduit, contacter le service après-vente Buchi.

8.2 Service après-vente

Seul un personnel SAV agréé est autorisé à effectuer des travaux de réparation sur l'instrument. Ces personnes ont suivi une formation technique poussée et connaissent les risques liés à l'utilisation de l'instrument.
Les adresses des points SAV du réseau Buchi sont répertoriées sur le site Internet: www.buchi.com. En cas de survenance d'un dysfonctionnement sur l'instrument ou de questions techniques ou de problèmes d'application, contacter l'un de ces points.

Le service après-vente offre les prestations suivantes:

- Fourniture de pièces de rechange
- Remise en état
- Conseils techniques

9 Mise hors service, stockage, transport et élimination

Ce chapitre explique comment mettre l'instrument hors service, comment l'emballer en vue d'un stockage ou d'un transport et précise les conditions d'expédition.

9.1 Stockage et transport

AVERTISSEMENT
Risque biologique:

- *Eliminer toutes les substances dangereuses de l'instrument et le nettoyer avec soin.*

Stocker et transporter l'instrument dans son emballage original.

AVERTISSEMENT
Risque d'électrocution:

- *Toujours retirer d'abord le conducteur secteur de la prise pour éviter d'avoir des câbles sous tension dans le laboratoire.*

9.2 Elimination

Pour éliminer l'instrument d'une manière écologique, consulter la liste de matières indiquée au chapitre 3. Elle aidera à trier les composants et à assurer un recyclage correct. Respecter les lois régionales et locales en vigueur concernant l'élimination.

REMARQUE
Si l'on retourne l'instrument au fabricant pour réparation, prendre soin de remplir le formulaire de déclaration d'observation de consignes relatives à la santé et à la sécurité indiqué sur la page et le mettre dans l'emballage de l'instrument.

9.3 Formulaire de déclaration d'observation de consignes relatives à la santé et à la sécurité

Déclaration concernant la sécurité, les risques possibles et précautions d'élimination, par ex. l'huile usagée.
La sécurité et la santé de notre personnel, les lois et réglementations relatives à la manipulation de produits dangereux, les règles de santé et de sécurité au travail, les prescriptions d'élimination de déchets, par ex. huile usagée, s'appliquant au lieu de travail, exigent que ce formulaire soit dûment rempli, signé et envoyé à notre bureau avant toute réparation d'équipement ou d'envoi de matériel à nos centres. Cette mesure s'applique à tous les Rotavapor et autres produits.
Les produits ne seront ni traités sous quelque forme que ce soit ni réparés/et aucun calibrage DKD ne sera effectué avant la réception de cette déclaration.

a) Faxez ou envoyez-nous par voie postale par avance un **exemplaire dûment rempli de ce formulaire**. Cette déclaration doit arriver avant l'équipement. **Joignez une deuxième copie remplie de ce formulaire au produit.** Si le produit est contaminé, vous devez en informer le transporteur **(ordonnances sur le transport par train et par route de marchandises dangereuses – GGVE, GGVS, RID, ADR)**.

b) La réparation pourra être considérablement retardée si cette information fait défaut ou si cette procédure n'est pas suivie. Nous espérons que vous comprendrez l'importance du respect de ces mesures soustraites à notre influence, et que vous nous aiderez à assurer la réparation de la meilleure manière possible.

c) **Veillez à noter toutes les substances entrées en contact avec l'équipement et à répondre à toutes les questions correctement et en détail.**

1. Produit (modèle): .....

2. N° de série: .....

3. Liste de substances en contact avec l'équipement ou produits réactionnels:

3.1 Nom du produit chimique/de la substance, symbole chimique:

a) .....
b) .....
c) .....
d) .....

3.2 Informations et précautions importantes, par ex. classification du danger

a) .....
b) .....
c) .....
d) .....

4. Déclaration (veuillez cocher la case correspondante):

¤ **4.1 Pour les produits non dangereux:**

Nous certifions que
- aucune contamination toxique, corrosive, biologiquement active, explosive, radioactive dangereuse de quelque manière que ce soit n'est survenue en relation avec le produit envoyé.
- le produit est exempt de substances dangereuses.

L'huile et les résidus de fluides pompés ont été évacués.

¤ **4.2 Pour les produits dangereux:**

Nous certifions que
- toutes les substances toxiques, corrosives, biologiquement actives, explosives, radioactives ou dangereuses de quelque manière que ce soit qui ont été pompées ou sont entrées en contact avec le produit sont listées à la section 3.1, que cette information est complète et que nous n'avons omis de communiquer aucune donnée.
- le produit, en conformité avec les prescriptions, a été
  - ¤ nettoyé
  - ¤ décontaminé
  - ¤ stérilisé

5. Moyen de transport/transporteur:

.....

Jour d'expédition à Büchi Labortechnik AG:

.....

Nous déclarons que les mesures suivantes – pour autant qu'elles s'appliquent – ont été prises:

- L'huile a été évacuée du produit.

Important: élimination conforme aux prescriptions nationales.
- L'intérieur du produit a été nettoyé.
- Tous les orifices d'entrée et de sortie du produit ont été fermés hermétiquement.
- Le produit a été emballé correctement – si nécessaire, veuillez commander un emballage original (les coûts seront facturés) – et muni des avertissements adéquats.
- Le transporteur a été informé de la nature dangereuse des produits (le cas échéant).

Signature: .....

Nom (en capitales): .....

Fonctions (en capitales): .....

Cachet de l'entreprise: .....

Date: .....

10 Pièces de rechange

Ce chapitre énumère les pièces de rechange, accessoires et options supplémentaires, y compris toutes les informations de commande utiles. Toujours préciser la désignation du produit et le numéro de pièce à la commande de pièces de rechange.
Utiliser seulement des consommables et pièces de rechange Buchi d'origine pour l'entretien et les remises en état afin de garantir un fonctionnement performant et fiable de l'instrument. Toute modification de pièces de rechange nécessite l'accord écrit préalable du fabricant.

10.1 Instrument de base

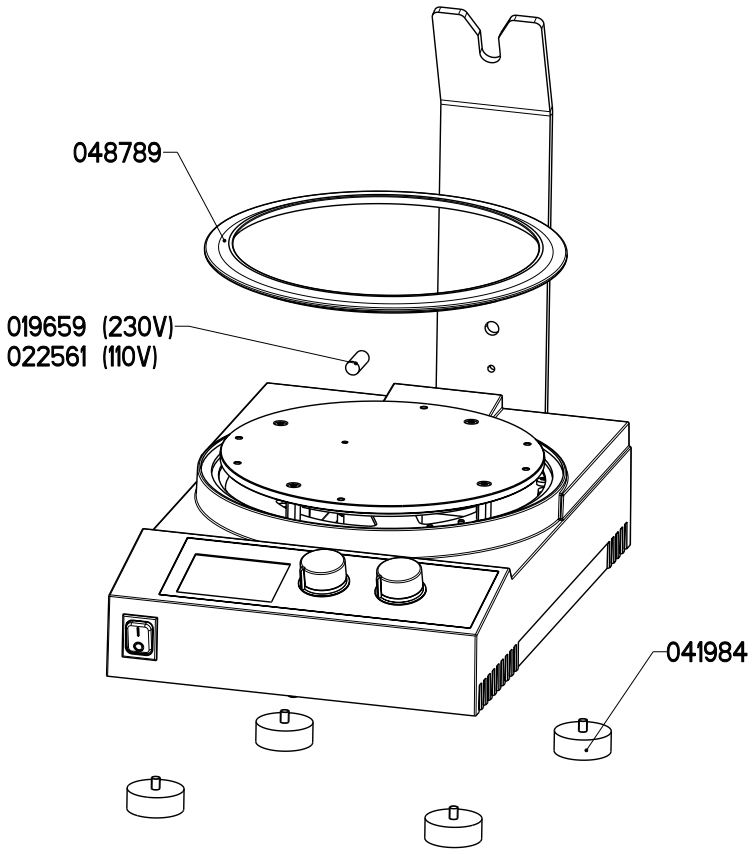


Fig. 10.1: Plateforme Multivapor

Tableau 10-1: Plateforme Multivapor

Produit	N. de cde	Produit	N. de cde
Anneau d'extrémité Multivapor	48789	Jeu de fusibles principaux, T 3.1 A L 250 V (pour instrument 220 – 240 V) (10 pièces)	19659
Jeu de 4 pieds	41984	Jeu de fusibles principaux, T 6.3 A L 250 V (pour instrument 100 – 120 V) (10 pièces)	22561

10.2 Unité d'évaporation

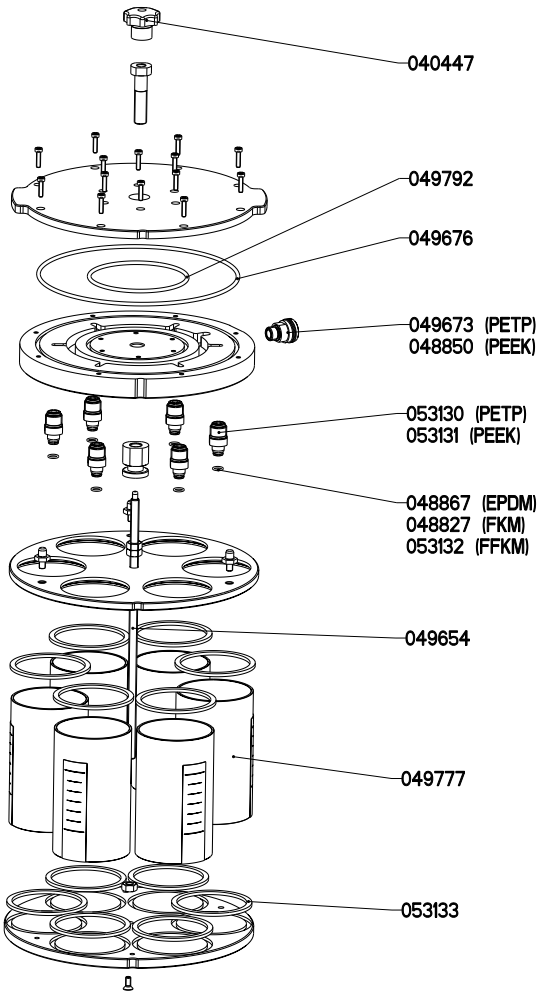


Tableau 10-2: Unité d'évaporation P-6

Produit	N. de cde
Ecrou de verrouillage rapide	40447
Joint torique de prise de vide, petit (EPDM)	49792
Joint torique de prise de vide, grand (EPDM)	49676
Raccord de prise de vide SVL 22 (PETP)	49673
Raccord de prise de vide SVL 22 (PEEK)	48850
Jeu de 6 adaptateurs coniques (PETP)	53130
Jeu de 6 adaptateurs coniques (PEEK)	53131
Jeu de 12 joints toriques d'adaptateur (EPDM)	48867
Jeu de 12 joints toriques d'adaptateur (FKM)	48827
Jeu de 6 joints toriques d'adaptateur (FFKM)	53132
Tige support	49654
Cylindre de verre P-6 avec indication de niveau	49777
Jeu de 12 joints de crystal rack P-6	53133

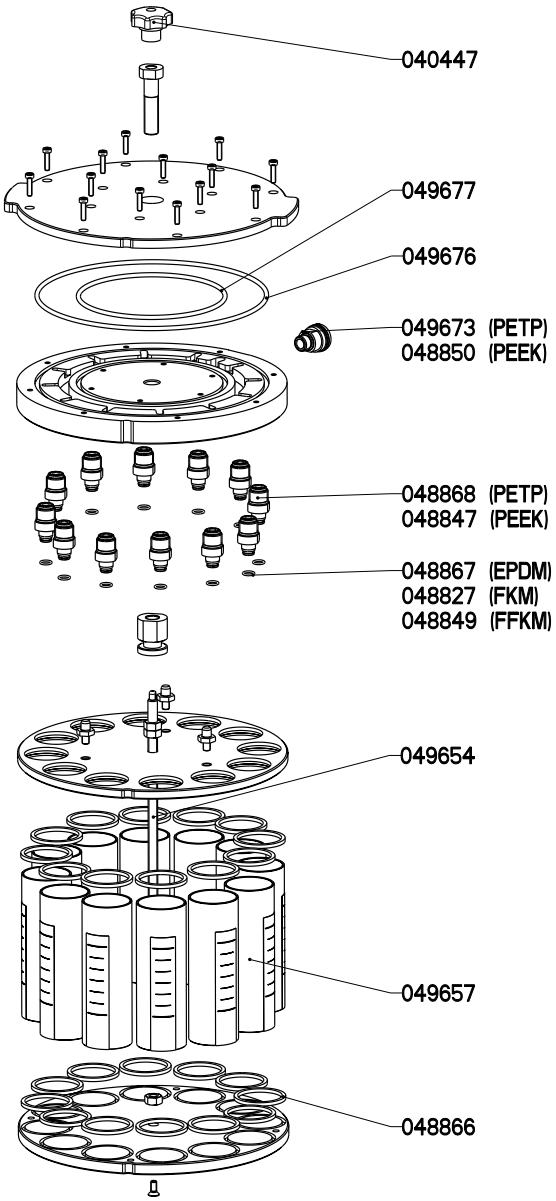


Tableau 10-3: Unité d'évaporation P-12

Produit	N. de cde
Ecrou de verrouillage rapide	40447
Joint torique de prise de vide, petit (EPDM)	49677
Joint torique de prise de vide, grand (EPDM)	49676
Adaptateur de prise de vide SVL 22 (PETP)	49673
Adaptateur de prise de vide SVL 22 (PEEK)	48850
Jeu de 12 adaptateurs coniques (PETP)	48868
Jeu de 12 adaptateurs coniques (PEEK)	48847
Jeu de 12 joints toriques d'adaptateur (EPDM)	48867
Jeu de 12 joints toriques d'adaptateur (FKM)	48827
Jeu de 12 joints toriques d'adaptateur (FFKM)	48849
Tige support	49654
Cylindre de verre P-12 avec indication de niveau	49657
Jeu de 24 joints de crystal rack P-12	48866

10.3 Jeux d'adaptateurs

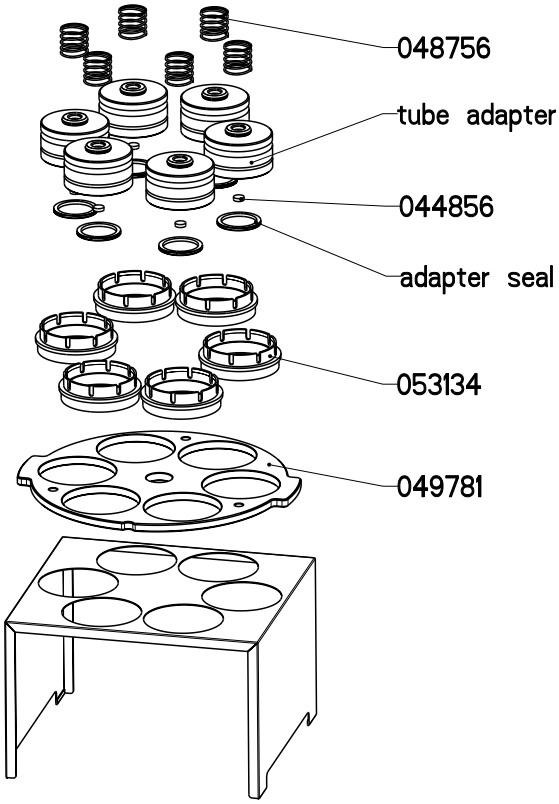


Tableau 10-4: Jeu d'adaptateurs P-6

Produit	N. de cde
Jeu de 12 ressorts d'adaptateur	48756
Jeu de 60 frittés PE	44856
Jeu de 6 adaptateurs enclenchables P-6	53134
Plaque de transfert P-6	49781

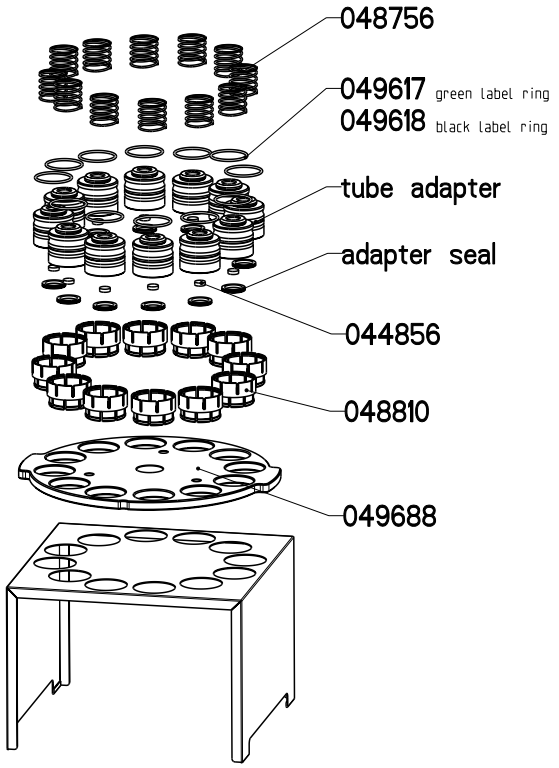


Tableau 10-5: Jeu d'adaptateurs P-12

Produit	N. de cde
Jeu de 12 ressorts d'adaptateur	48756
Jeu de 12 anneaux de marquage pour adaptateur de tube, verts	49617
Jeu de 12 anneaux de marquage pour adaptateur de tube, noirs	49618
Jeu de 60 frittés PE	44856
Jeu de 12 adaptateurs enclenchables P-12	48810
Plaque de transfert P-12	49688

10.4 Assemblages réfrigérant

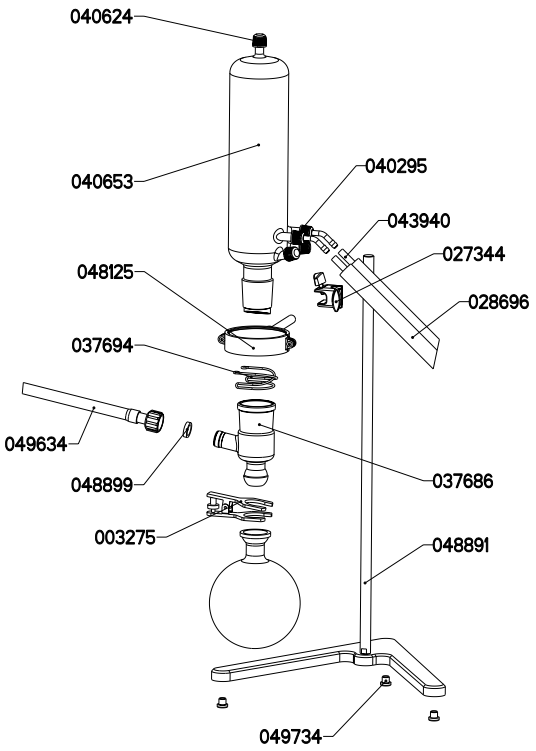


Tableau 10-6: Assemblage réfrigérant de type S

Produit	N. de cde
Jeu de 5 bouchons GL-14	40624
Jeu de 4 raccords GL-14 coudés	40295
Tuyau d'eau en silicone, 1.5 m, Ø 6/9 mm	43940
Isolation thermique de tuyau d'eau, 1.5 m, Ø 11/23 mm	28696
Réfrigérant de type S	40653
Attache de réfrigérant de type S	48125
Douille en croix	27344
Attache KS 45/40	37694
Attache KS 20/35	03275
Raccord en T	37686
Tuyau de vide nervuré (PFA), 600 mm	49634
Jeu de 2 joints de tuyau de vide SVL 22 (PTFE)	48899
Tige support, 600 mm	48891
Jeu de 3 pieds de statif	49734

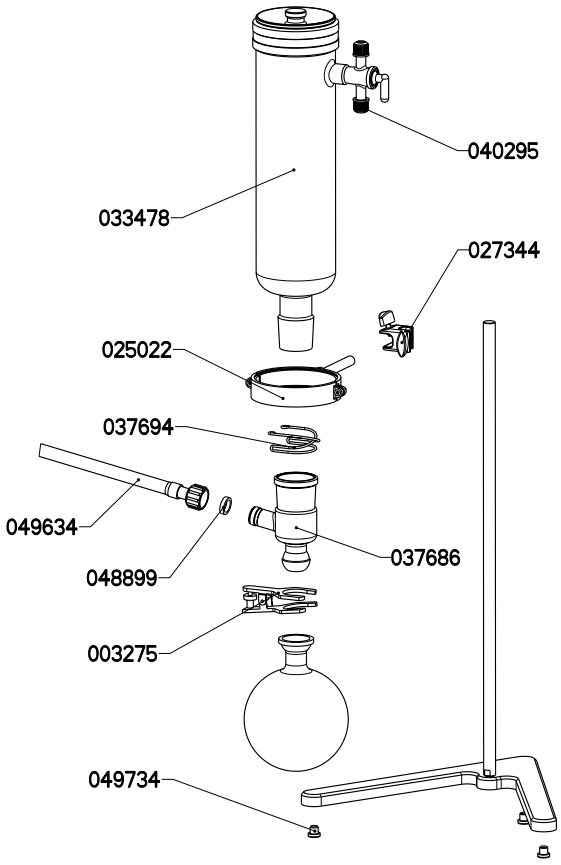


Tableau 10-7: Assemblage réfrigérant de type C

Produit	N. de cde
Jeu de 4 raccords GL-14 coudés	40295
Réfrigérant de type C	33478
Attache de réfrigérant de type C	25022
Douille en croix	27344
Attache KS 45/40	37694
Attache KS 20/35	03275
Raccord en T	37686
Tuyau de vide nervuré (PFA), 600 mm	49634
Jeu de 2 joints de tuyau de vide SVL 22 (PTFE)	48899
Tige support, 600 mm	48891
Jeu de 3 pieds de statif	49734

10.5 Kit bouteille de Woulff

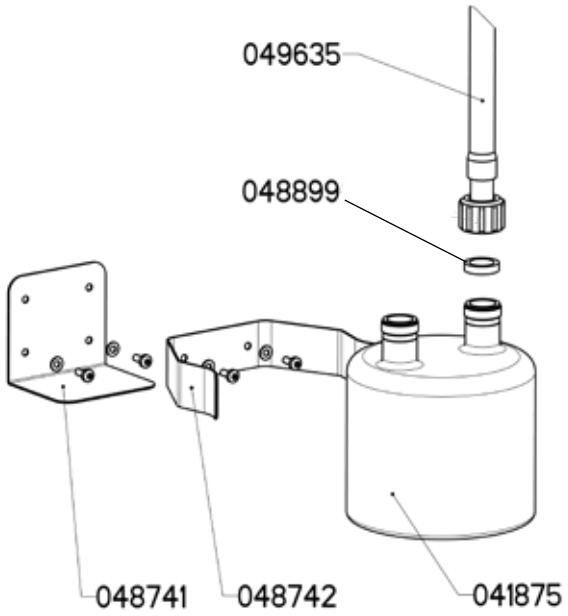


Tableau 10-8: Kit bouteille de Woulff

Produit	N. de cde
Tuyau de vide nervuré (PFA), 400 mm	49635
Jeu de 2 joints de tuyau de vide SVL 22 (PTFE)	48899
Bouteille de Woulff à revêtement P+G	41875
Equerre métallique	48741
Bride pour bouteille de Woulff	48742

10.6 Différentes pièces en verre

Tableau 10-9: Connexion Rotavapor

Produit	N. de cde
Raccord en T avec rodage SVL 22	48812

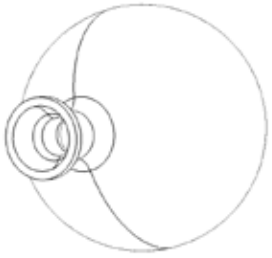
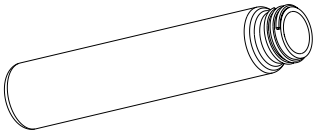
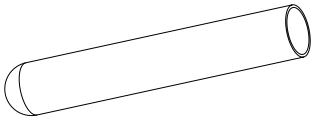


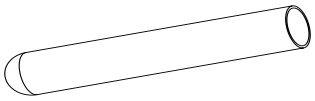
Tableau 10-10: Ballons récepteurs, à revêtement P+G

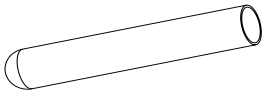
Produit	N. de cde
Ballon récepteur de type S, 1 l	20728
Ballon récepteur de type S, 2 l	25265
Ballon récepteur de type C, 1 l	40775
Ballon récepteur de type C, 2 l	40776

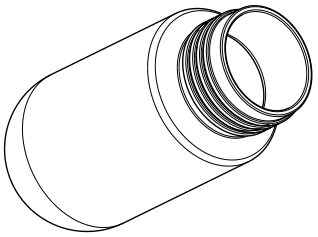
* revêtement particulièrement résistant aux basses températures

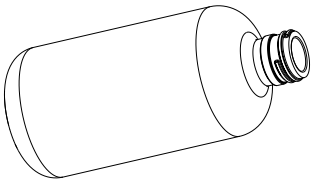












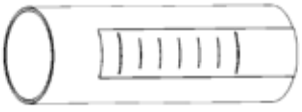


Tableau 10-11: Récipients échantillon

Produit	N. de cde
Jeu de 25 récipients échantillon P-12 à fond arrondi avec bouchon fileté (GPI 24-400, volume de travail 30 ml, ∅ 27 mm, L = 145 mm)	49662
Jeu de 72 tubes PSE/ASE à fond plat (GPI 24-400, volume de travail 30 ml)	49535
Jeu de 50 tubes test DE 25 (25 x 150 mm)	38469
Jeu de 100 tubes test DE 20 (20 x 150 mm)	42845
Jeu de 100 tubes test DE 16 (16 x 130 mm)	38543
Jeu de 6 récipients échantillon P-6 à fond arrondi, avec bouchon fileté (GL 45, volume de travail 150 ml)	49774
Jeu de 10 bouteilles ASE 200, à bouchon fileté (GPI 24-400, volume de travail 170 ml)	52672

Tableau 10-12: Cylindre de verre

Produit	N. de cde
Cylindre de verre pour crystal rack P-6 avec indication de niveau	49777
Cylindre de verre pour crystal rack P-12 avec indication de niveau	49657

10.7 Divers

Tableau 10-13: Documentation

Produit	N. de cde	Produit	N. de cde
Instructions d'installation/d'emploi	93163	Multivapor IQ/OQ, anglais	48822
Livret d'application Multivapor	48858	CD Solution d'évaporation	92202
Liste de solvants Multivapor	48719		

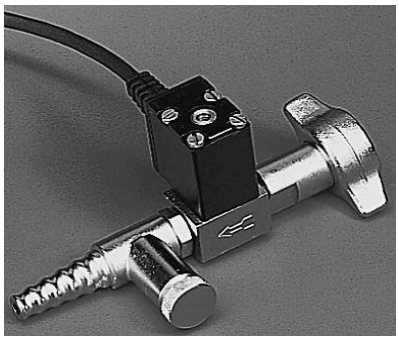


Tableau 10-14: Valves de régulation d'eau

Produit	N. de cde
Valve de régulation d'eau ½", complète	11606
Electrovanne d'eau de refroidissement 24 V pour régulateur de vide V-800/805	31356

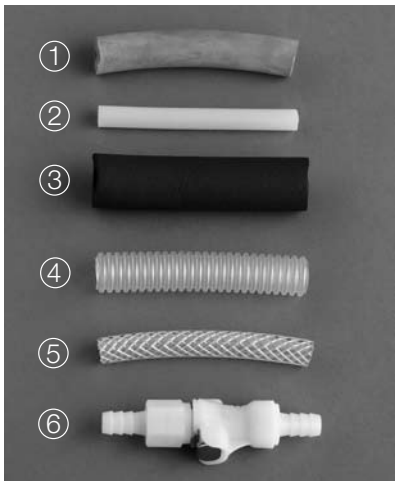


Tableau 10-15: Tuyaux

Produit	N. de cde
① Tuyau de vide, 2 m, Ø 16/6 mm	40459
② Tuyau silicone pour eau de refroidissement, 1.5 m, Ø 9/6 mm	43940
③ Isolation thermique pour tuyau d'eau de refroidissement, 1.5 m, Ø 11/23 mm	28696
④ Tuyau de vide PFA nervuré, 1 m (sans rodage SVL 22)	26096
⑤ Tuyau Nyflex, 5 m, Ø 5/10 mm	43185
⑥ Jeu de 2 raccords rapides avec mécanisme d'arrêt du flux	42885

Tableau 10-16: Solutions de vide

Produit	N. de cde
Régulateur de vide V-850	47231
Régulateur de vide V-855	47232

Unité de soupapes pour régulateur de vide V-850/855 combiné avec des pompes à vide d'autres marques	47320

Tableau 10-17: Refroidisseur à circulation

Produit	N. de cde
B-740/8, 800 W 15 °C, 220 – 240 V	37740
B-741, 500 W à 15 °C, 100 – 120 V	46772
B-741, 500 W à 15 °C, 220 – 240 V	46770
Tête de distribution pour refroidisseur à circulation B-740	37742

11 Déclarations et prescriptions

11.1 Prescriptions FCC (Etats-Unis et Canada)

English:

This equipment has been tested and found to comply with the limits for a Class A digital device, pursuant to both Part 15 of the FCC Rules and the radio interference regulations of the Canadian Department of Communications. These limits are designed to provide reasonable protection against harmful interference when the equipment is operated in a commercial environment.
This equipment generates, uses and can radiate radio frequency energy and, if not installed and used in accordance with the instruction manual, may cause harmful interference to radio communications. Operation of this equipment in a residential area is likely to cause harmful interference in which case the user will be required to correct the interference at his own expense.

Français:

Cet appareil a été testé et s'est avéré conforme aux limites prévues pour les appareils numériques de classe A et à la partie 15 des réglementations FCC ainsi qu'à la réglementation des interférences radio du Canadian Department of Communications. Ces limites sont destinées à fournir une protection adéquate contre les interférences néfastes lorsque l'appareil est utilisé dans un environnement commercial.
Cet appareil génère, utilise et peut irradier une énergie à fréquence radioélectrique, il est en outre susceptible d'engendrer des interférences avec les communications radio, s'il n'est pas installé et utilisé conformément aux instructions du mode d'emploi. L'utilisation de cet appareil dans les zones résidentielles peut causer des interférences néfastes, auquel cas l'exploitant sera amené à prendre les dispositions utiles pour palier aux interférences à ses propres frais.

11.2 Déclaration de conformité

Declaration of conformity

BÜCHI Labortechnik AG
Meierseggstrasse 40
CH-9320 Flawil 1
Switzerland

declares that the product:

Multivapor P-6 and P-12

complies with the requirements of the European Directives:

2006/95/EC (electrical operating equipment/low-voltage guidelines)
89/336/EEC (electromagnetic compatibility)
98/37/EC (machinery directive)

and is in accordance with the following standards:

EN 61010-1:2001
Safety regulations for electrical measuring, control, regulation, and laboratory devices:
General requirements

EN 61010-2-010:2003
Safety requirements for electrical equipment for measurement, control, and laboratory use:
Part 2-010: Particular requirements for laboratory equipment for the heating of materials

EN 61326-1:2006
Electrical equipment for measurement, control, and laboratory use:
EMC requirements

Flawil, November 23th, 2007

Christian Fritsche
Director Engineering Services

Erich Koller
Head Quality Management

Fisher Scientific
Part of Thermo Fisher Scientific

Belgique / België	tél 056 260 260	fax 056 260 270	be.fisher@thermofisher.com	www.be.fishersci.com
España	tfno 91 515 92 34	fax 91 515 92 35	es.fisher@thermofisher.com	www.es.fishersci.com
France	tél 03 88 67 53 20	fax 03 88 67 11 68	fr.commande@thermofisher.com	www.fr.fishersci.com
Italia	tel 02 953 28 258	fax 02 953 27 374	it.fisher@thermofisher.com	www.it.fishersci.com
Netherlands	tel 020 487 70 00	fax 020 487 70 70	nl.info@thermofisher.com	www.fishersci.nl
Portugal	tel 21 425 33 50	fax 21 425 33 51	pt.fisher@thermofisher.com	www.pt.fishersci.com
Suisse / Switzerland	tél 056 618 41 11	fax 056 618 41 41	info.ch@thermofisher.com	www.ch.fishersci.com